

Pedro Dolabella Poedella

Duss. Delangen

1906

MONOTONES UND ZYKLISCHES
KRIECHVERHALTEN
DER LEGIERUNG 800 H BEI 800 ° C

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen — Nürnberg
zur Erlangung des Grades
Doktor — Ingenieur

vorgelegt von

Pedro Dolabella Portella

Erlangen 1984

Als Dissertation genehmigt von der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung: 17.5.1984

Tag der mündlichen Prüfung: 19.7.1984

Dekan: Prof. Dipl.-Ing. G. Vetter

1. Berichterstatter: Prof. Dr. W. Blum

2. Berichterstatter: Prof. Dr. V. Gerold

Gedruckt mit Unterstützung des Deutschen Akademischen
Austauschdienstes.

Für meine Eltern

"Als ich mir vorgenommen hatte zu erkennen, was Wissen wirklich ist, und zu beobachten, welches Geschäft eigentlich auf der Erde getätigt wird, da sah ich ein, daß der Mensch, selbst wenn er seinen Augen bei Tag und Nacht keinen Schlaf gönnt, das Tun Gottes in seiner Ganzheit nicht wiederfinden kann, das Tun, das unter der Sonne getan wurde. Deshalb strengt der Mensch, danach suchend, sich an und findet es doch nicht wieder. Selbst wenn der Gebildete behauptet, er erkenne - er kann es doch nicht wiederfinden."

Koh 8,16-17

"Je ne sais même pas, si la science est quelque chose de bon ou de mauvais"

Louis de Broglie, 1927



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546208_0024

INHALTSVERZEICHNIS

1	<u>EINLEITUNG</u>	1
2	<u>THEORETISCHE GRUNDLAGEN</u>	5
2.1	Karbidausscheidung und -auflösung	5
2.2	Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Teilchen	8
2.3	Das Strickmodell für die Kriechverformung reiner Metalle	10
2.4	Erweiterung des Strickmodells auf teilchen- gehärtete Legierungen	16
3	<u>EXPERIMENTELLE METHODEN</u>	18
3.1	Werkstoff: Zusammensetzung und Wärmebehandlung	18
3.2	Kriechversuche	19
3.2.1	Zugproben	19
3.2.2	Kriechapparatur	20
3.2.3	Versuchsauswertung	24
3.3	Metallographische Untersuchungen	28
4	<u>EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE</u>	29
4.1	Kriechverhalten der Legierung 800 H bei 800°C	29
4.1.1	Monotones Kriechen	29
4.1.1.1	Kriechversuche bei konstanter Spannung	29
4.1.1.2	Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit	34
4.1.1.3	Spannungswechselversuche	37
4.1.1.4	Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der weitreichenden inneren Rückspannungen	43
4.1.2	Zyklisches Kriechen	46
4.1.2.1	Kriechverhalten unter zyklischer Belastung	46
4.1.2.2	Kriechversuche mit Wechsel der Belastungsart	50
4.1.2.3	Einfluß der Dauer der Be- und Entlastungsphasen auf das zyklische Kriechverhalten	56
4.1.2.4	Einfluß des Entlastungsgrades auf das zyklische Kriechverhalten	61

4.2	Gefügeuntersuchungen	65
4.2.1	Anlieferungszustand	65
4.2.2	Zustand nach Lösungsglühung	68
4.2.3	Zustand nach Wärmebehandlung bei 800°C ohne überlagerte Verformung	72
4.2.4	Zustand nach Kriechverformung bei 800°C	87
4.2.4.1	Lichtmikroskopie	87
4.2.4.2	Durchstrahlungselektronenmikroskopie	89
4.3	Untersuchung der Bruchvorgänge	106
5	<u>DISKUSSION DER EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSE</u>	115
5.1	Bestimmung der weitreichenden inneren Rückspannungen	115
5.2	Monotones Kriechen	119
5.2.1	Gefügeänderungen während monotoner Kriech- verformung	119
5.2.1.1	Form der Kriechkurven	123
5.2.1.2	Einfluß der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten	129
5.2.1.3	Spannungswechselversuche	133
5.2.2	Übergangsbereiche nach Spannungswechseln	137
5.3	Zyklisches Kriechen	147
5.3.1	Gefügeänderungen während zyklischer Kriech- verformung	147
5.3.2	Übergangsbereiche nach Wechseln des Belastungsmodus	150
5.4	Bruchmechanismus	164
6	<u>ZUSAMMENFASSUNG</u>	170
7	<u>LITERATURVERZEICHNIS</u>	173

1 EINLEITUNG

Legierung 800 (DIN-Bezeichnung X 10 NiCrAlTi 32 20, Werkstoff-Nr. 1.4876) ist der Sammelbegriff für eine Gruppe von Fe-Ni-Cr Werkstoffen, deren erster Vertreter unter dem Name Incoloy 800 von der Firma "The International Nickel Company" bereits 1949 auf dem Markt gebracht wurde. Ansporn zur Entwicklung dieser Legierung gab die damals herrschende Knappheit an Nickel in den USA. Incoloy 800 weist gute mechanische Eigenschaften und eine gute Korrosionsbeständigkeit in verschiedenen Medien auf und fand deswegen ein breites Anwendungsgebiet. Im Laufe der Zeit wurden diese Eigenschaften gezielt durch Zugabe bzw. Einschränkung des Gehaltes von weiteren Legierungselementen mit Hinsicht auf spezielle Anforderungen verbessert, so daß heutzutage die Werkstoffgruppe mit der Bezeichnung Legierung 800 ziemlich breit ist. Die Variante mit der Bezeichnung Legierung 800 H, deren Richtanalyse die Tabelle 1.1 wiedergibt, wird durch einen Kohlenstoffgehalt zwischen 0,05 Gew. % und 0,10 Gew. % und durch eine mittlere Korngröße von mindestens 70 µm (ASTM 5 oder größer) gekennzeichnet /1/.

Ni	30,0 - 35,0	Cr	19,0 - 23,0
Al	0,15 - 0,60	Ti	0,15 - 0,60
Mn	1,50 max	Si	1,0 max
Cu	0,75 max	S	0,015 max
C	0,05 - 0,10	Fe	Rest

Tab. 1.1 - Richtanalyse der Legierung 800 H nach der Norm
ASTM B407 /1/.

Die Legierung 800 ist ihrer Zusammensetzung und ihrem Gefüge nach ein hochlegierter, austenitischer Stahl. Die Werkstoffe dieser Gruppe zeigen auch bei hohen Temperaturen gute mechanische Eigenschaften. Sie weisen auch gute Beständigkeit gegen Oxidation, Aufkohlung und Korrosion in aggressiven Me-

dien (z.B. schwefel- oder chloridhaltigen Medien) bei hohen Temperaturen auf, und zwar auch unter zeitlich veränderlichen Bedingungen. Ihr Gefüge ist sehr stabil und diese Werkstoffe können relativ leicht verarbeitet, umgeformt und geschweißt werden. Schließlich sind die Herstellungskosten verhältnismäßig gering. Die Legierung 800 findet deswegen breite Anwendung im Temperaturbereich 300°C - 1000°C z.B. in der chemischen, insbesondere in der petrochemischen Industrie, und in der Stromerzeugung, sowohl in konventionellen, mit fossilen Brennstoffen betriebenen Kraftwerken, als auch in Kern- und Sonnenkraftwerken. Aus allen diesen Gründen wird die Legierung 800 häufig als eine Eisenbasis-Superlegierung bezeichnet. Die Anerkennung dieser Werkstoffe spiegelt sich darin wieder, daß bereits zwei Tagungen abgehalten wurden, die sich ausschließlich der Diskussion ihrer Eigenschaften widmeten /1/.

Unter normalen Betriebsbedingungen werden Bauteile nicht durch eine konstante Spannung beansprucht, sie sind eher aufgrund mechanischer Schwingungen oder Temperaturänderungen einer variablen Belastung ausgesetzt. Bei hohen Temperaturen führt dieser Tatbestand zu einem komplexen Werkstoffverhalten, das in der Literatur häufig durch den Begriff "Wechselwirkung zwischen Kriechen und Ermüdung" bezeichnet wird. Das Thema wurde in den letzten dreißig Jahren intensiv untersucht /z.B. 2,3/. In diesen Arbeiten wurde das mechanische Werkstoffverhalten durch Zustandsgleichungen beschrieben, die auf makroskopischen Parametern basieren. Diese Analyseverfahren liefern allerdings in diesem Falle noch keine zufriedenstellende Ergebnisse, und deswegen muß ein größeres Verständnis der mikroskopischen Mechanismen gewonnen werden. Fortan beschränken wir uns auf das Kriechverhalten von Werkstoffen unter zyklisch veränderlicher Zugspannung (ohne Spannungsumkehrung), wobei der Beanspruchungszyklus konstant gehalten wird. Dies wird als zyklisches Kriechen bezeichnet. Das Kriechverhalten unter konstanter Spannung wird dagegen als monoton bezeichnet.

Der Vergleich zwischen dem zyklischen und dem monotonen Kriechverhalten zeigt, daß sowohl bei reinen Metallen als auch bei Legierungen eine Beschleunigung /5-7/ oder eine Verlangsa-

mung /5,8-10/ der Kriechverformung durch zyklische Belastung auftreten kann. Dieser Vergleich wird so durchgeführt, daß die Oberspannung im zyklischen Versuch der angelegten Spannung im monotonen Versuch gleicht. Entscheidend für die Ab- oder Zunahme der Kriechgeschwindigkeit sind die Versuchsbedingungen: Spannung, Temperatur, Entlastungsgrad und Zyklusperiode /5,11/. Meshii et al. /12,13/ entwickelten ein Modell für die zyklische Kriechbeschleunigung. Die Autoren betrachten den Werkstoff als einen Verbund von Bereichen, dessen mechanisches (auch Kriech-) Verhalten unterschiedlich ist. Dies führt während Kriechverformung zu einer heterogenen Spannungsverteilung innerhalb des Festkörpers. Das Modell basiert auf der inneren Spannung in den "weichen" Bereichen (die mit dem Subkorninneren identifiziert werden), und erklärt die zyklische Kriechbeschleunigung durch eine Abnahme dieser inneren Spannung unter zyklischer Belastung. Allerdings kann das Modell die auch beobachtete zyklische Kriechverlangsamung nicht erklären.

In der vorliegenden Arbeit wird das Kriechverhalten der Legierung 800 H bei 800°C untersucht, und zwar unter monotoner und zyklischer Belastung. Das Werkstoffverhalten wird anhand der Entwicklung des Karbidgefüges und der Versetzungsstruktur analysiert, wobei eine erweiterte Form des Strickmodells herangezogen wird. Das Ziel der Arbeit ist also, die Mechanismen der Kriechverformung unter komplexer Belastung zu untersuchen.

Das Kriechverhalten von Werkstoffen unter komplexen Belastungsarten (z.B. zeitlich veränderlich mechanischer oder thermischer Beanspruchung, mehrachsiger Beanspruchung, Gefügeveränderung während Verformung infolge aggressiver Atmosphäre) verdient in der jüngsten Zeit zunehmendes Interesse. Wie bereits erwähnt wird in diesen Untersuchungen einer von zwei Pfaden eingeschlagen: Entweder wird das Werkstoffverhalten mit Hilfe von makroskopischen Parametern durch Zustandsgleichungen beschrieben, oder die mikroskopischen Mechanismen werden in Betracht gezogen. Selbstverständlich haben beide Arbeitsphilosophien ihre Verdienste. Es wäre aber wünschenswert, daß sich die zwei Pfade durch Wechselwirkungen und gegenseitige

Anregungen in zunehmenden Maße annähern. Diese Arbeit will einen Beitrag zu dem Verständnis dieser Probleme von der Seite der mikroskopischen Mechanismen leisten. Die Meßergebnisse mußten in einem Bereich von hohen Kriechgeschwindigkeiten gesammelt werden, damit ein Vergleich verschiedener Bedingungen überhaupt angestellt werden konnte. Diese Meßergebnisse sind zwar in praktischen Anwendungen nicht direkt einzusetzen, sie tragen aber zum Verständnis der wirkenden Mechanismen bei und verweisen auf den Weg zum gezielten Erwerb von Kenndaten im Bereich niedrigerer Spannungen.

2 THEORETISCHE GRUNDLAGEN.

2.1 KARBIDAUSSCHEIDUNG UND -AUFLÖSUNG

Stähle werden im breitesten Sinne definiert als Legierungen von Eisen und Kohlenstoff, denen eine Vielzahl von Legierungselementen beigegeben ist /14/. Je nach dem Umfang dieser Additionen werden diese Legierungen als gebräuchliche oder Sonderstähle bezeichnet, wobei die Grenze zwischen diesen Gruppen diffus ist /15/. Auf jeden Fall wird dem Kohlenstoff trotz seines geringen Gewichtsanteils eine wichtige Rolle beigemessen, denn er ist für den Gefügebrau der Stähle und für ihre Eigenschaften von großer Bedeutung /16/. In diesem Abschnitt wollen wir nur eine kurze Beschreibung der Vorgänge der Auflösung und der Ausscheidung von Karbiden geben.

Die Löslichkeit von Kohlenstoff in einer austenitischen Matrix nimmt mit zunehmender Temperatur zu. Der ungelöste Anteil verbindet sich mit Eisen oder mit anderen Legierungselementen in einer großen Anzahl von Karbidtypen (oder komplexeren Verbindungen wie Karbonitriden), denn der Kohlenstoff weist eine große Affinität zu vielen Elementen (sog. Karbidbildnern) auf /15,16/. Bei einer gegebenen Temperatur hängt also die in der austenitischen Matrix gelöste C-Konzentration von der gesamten Zusammensetzung der Matrix ab. Die thermodynamischen und metallkundlichen Untersuchungen der Löslichkeit von Kohlenstoff in Austenit sind allerdings nur mit relativ großen Fehlern durchführbar. Das Löslichkeitsprodukt eines Karbids (bzw. Karbonitrids) in einem Stahltyp wird im allgemeinen durch eine einfache Gleichung folgender Form wiedergegeben /17,18/:

$$\log (c_C c_M) = A - H/RT \quad (2.1)$$

c_C und c_M sind jeweils die gelöste Konzentration von Kohlenstoff (bzw. Stickstoff) und des Legierungselements (Karbidgebildners). H ist die Löslichkeitseenthalpie, R die Gaskonstante, T die absolute Temperatur und A eine Konstante.

Die Lösungsglühung eines Werkstücks bezweckt die totale Auflösung einiger oder aller anwesenden Karbidtypen. Die Temperatur der Wärmebehandlung wird so gewählt, daß diese Auflösung möglich ist (Gl. 2.1). Die Dauer der Behandlung hängt von den Dimensionen des Werkstücks (Homogenität der Temperatur) und von der Art und Größe der Karbide ab, denn diese beeinflussen die Auflösungskinetik. Einige Verbindungen sind allerdings sehr stabil, ihre totale Auflösung wäre entweder sehr teuer (hohe Temperaturen) oder sogar unmöglich (Überschreitung des Schmelzpunktes). In jedem Falle hat eine Erhöhung der Glühtemperatur eine Zunahme des in der Matrix gelösten Kohlenstoffgehalts und des ebenfalls gelösten Karbidbildnergehalts zur Folge (Gl. 2.1).

Der letzte Schritt einer Wärmebehandlung ist die rasche Abkühlung des Werkstücks auf Raumtemperatur. Der bei der hohen Temperatur erreichte Gleichgewichtszustand wird dadurch eingefroren. Thermodynamisch ist das System instabil, denn die Löslichkeit vieler Elemente in der Matrix bei Raumtemperatur wird überschritten. Der Abbau dieser Überschüsse erfolgt durch die Ausscheidung von Karbiden oder von anderen Verbindungen. In der klassischen Behandlung dieser Festkörperreaktionen werden drei Phasen unterschieden: Keimbildung, Keimwachstum und Teilchenvergrößerung /19/. In der Tat aber greifen diese Prozesse ineinander über, und eine deutliche Trennung kann nicht gemacht werden /20/. Mit Hilfe der Feldionenmikroskopie wurde dieser Ansicht kürzlich experimentell bestätigt /21/.

Der heterogene Charakter der Karbidausscheidung in Stählen legt nahe, daß in diesen Werkstoffen Hochtemperaturverformung Einfluß auf die Ausscheidung haben kann: Frisch erzeugte Versetzungen können die Bildung neuer Keime ermöglichen, und die schnellere Diffusion entlang der Versetzungslinien kann die Wachstums- und Vergrößerungskinetik verändern /22/. Allerdings gehen die Meinungen zu diesem Punkt in der Literatur weit auseinander. Eine metallographische Untersuchung des Problems erfordert eine sorgfältige stereologische Auswertung, denn die Morphologie der Karbide ist komplex (vgl. Abschn. 4.2.4). Dies könnte einer der Gründe für

die erwähnte Diskrepanz sein. Eine alternative Untersuchungsmethode nutzt die etwaigen Auswirkungen dieses Effektes auf das mechanische Verhalten des Werkstoffs: Barnby /23/ z.B. zeigt, daß Proben eines Stahls des Typs AISI 316 eine ausgeprägte Streckgrenze in einem Zugversuch bei Raumtemperatur zeigen, wenn sie vorher bei 500°C kriechverformt wurden. Dies führt der Autor auf eine feine Karbidausscheidung an Versetzungen während Kriechverformung zurück. Im Abschnitt 5.2.1 werden andere Untersuchungen der Wechselwirkung zwischen Karbidausscheidung und Kriechverformung in austenitischen Stählen analysiert und mit den Ergebnissen, die in dieser Arbeit ermittelt wurden, verglichen. Die Frage der Gefügestabilität während Kriechverformung erschöpft sich nicht bei diesem direkten Einfluß auf die Ausscheidungsvorgänge. Viele andere Gefügebestandteile können sich während Verformung ändern, und diese Änderungen wirken sich auf das mechanische Verhalten der Werkstoffe aus /20,24/.

Die Legierung 800 H weist unter normalen Betriebsbedingungen einen geringen Volumenanteil von Karbiden der Typen MC ($M = \text{Ti, Nb, V, W, Mo}$) und $M_{23}C_6$ ($M = \text{Cr, Fe, Ni, Ti, Nb, Mo, Co, W}$) auf, wobei in beiden Fällen Stickstoff ins Gitter aufgenommen werden kann (Karbonitrid). Im Temperaturbereich 550°C-750°C scheidet sich nach langzeitigen Glühungen die intermetallische Phase γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, aus. Seltener werden auch die intermetallischen Verbindungen η , Ni_3Ti , und σ beobachtet /17/. Die Karbidauflösung und -ausscheidung in der Legierung 800 H wurde ausführlich von Ennis et al. untersucht /25/.

2.2 WECHSELWIRKUNG ZWISCHEN VERSETZUNGEN UND TEILCHEN

Die Kriecheigenschaften metallischer Werkstoffe können durch eine feine Teilchendispersion erheblich verbessert werden. Diese Erkenntnis steht seit mehreren Jahrzehnten fest und wird seitdem in der Entwicklung neuer Hochtemperaturwerkstoffe genutzt. Die Teilchendispersion wird auf verschiedene Weisen hergestellt: Ausscheidung von intermetallischen oder Metall-Nichtmetall Verbindungen, innere Oxidation von Legierungselementen, herkömmliche pulvermetallurgische Verfahren, mechanisches Legieren. Die Mechanismen des Versetzungs- und Diffusionskriechens in teilchengehärteten Werkstoffen sind von großer Komplexität und, weil sie von erheblicher Bedeutung sind, werden in der Literatur in einer Vielzahl von Studien behandelt /z.B. 26,27/.

Es wurde bereits erwähnt, daß die Legierung 800 H unter normalen Betriebsbedingungen einen geringen Volumenanteil von Karbiden bzw. Karbonitriden aufweist. Allerdings wird in dieser Arbeit gezeigt, daß der Beitrag des Teilchengefüges in der Untersuchung des Kriechverhaltens dieses Werkstoffs nicht vernachlässigt werden darf (vgl. Abschn. 5.1, 5.2 und 5.3).

Die chemischen Bindungen in Karbiden und Karbonitriden haben einen großen kovalenten Anteil /28/, und deswegen weisen diese Phasen bezüglich ihrer Härte und ihres Elastizitätsmoduls große Werte auf /29/. Die Karbidteilchen unterscheiden sich somit in ihren Verformungseigenschaften von der austenitischen Matrix der Legierung 800 H, so daß dieser Werkstoff als plastisch heterogen betrachtet werden kann. Ashby /30/ analysierte die Verformung dieser Klasse von Werkstoffen und zeigte, daß die Dehnungsgradienten in der Matrix durch den Aufbau von Versetzungsanordnungen um die harten Teilchen akkommodiert werden. Diese Versetzungsstrukturen erzeugen eine weitreichende innere Rückspannung, die die Bewegung der verformungstragenden Versetzungen beeinflußt. Nach der Auffassung von Ashby ist also der Beitrag der Teilchen zur Werkstoffhärtung doppelter Natur:

- a) jedes Teilchen wirkt als einzelnes Hindernis, wenn es sich auf der Gleitebene einer Versetzung befindet;
- b) das gesamte Teilchengefüge beeinflusst die Versetzungsbewegung über die weitreichende innere Rückspannung.

Die quantitative Erfassung dieser Beiträge ist nicht einfach. Eine Versetzung kann ein hartes Hindernis in einem Umgehen- oder in einem Überkletterprozeß überwinden /31/. In beiden Fällen werden für die Bestimmung der Verformungsgeschwindigkeit einige Kenngrößen der Teilchenstruktur benötigt /26,32/:

- der Volumenanteil;
- die räumliche Verteilung;
- die Form, Größe und Größenverteilung der Teilchen.

Die bisher veröffentlichten Analysen setzen kugelförmige Teilchen voraus /32/ und können nur näherungsweise eine Struktur erfassen, die aus Teilchen komplexerer Form besteht. Auf der anderen Seite wurde die Berechnung der weitreichenden inneren Spannung unter der Annahme von einfacher Gleitung und kleinem Dehnungsgrad durchgeführt /30/. Ansonsten bilden sich komplexere Versetzungsnetzwerke um die Teilchen, und sogar die Identifizierung dieser Versetzungen ist schwierig, denn sowohl Moiré-Streifen /33/ als auch Anpassungsversetzungen an der Grenzfläche Matrix-Teilchen werden gleichzeitig abgebildet. Daher ist die Quantifizierung der weitreichenden inneren Rückspannung in diesem Falle schwierig.

Im vorherigen Absatz wurden die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Teilchen diskutiert. Für die Beschreibung der Hochtemperaturverformung teilchengehärteter Werkstoffe wird häufig angenommen, daß ein Teil der angelegten Spannung wegen jener Wechselwirkungen verbraucht wird. Für die Versetzungsbewegung in der Matrix steht dann nur eine effektive Spannung σ_{eff} zur Verfügung /31/:

$$\sigma_{\text{eff}} = \sigma - \sigma_T \quad (2.2)$$

σ ist die angelegte Spannung und σ_T drückt den Beitrag der Teilchenstruktur aus. Trotz ihrer Einfachheit birgt diese Gleichung bedeutende Probleme in sich. Erstens ist die Bestimmung von σ_T schwierig, wie bereits im letzten Absatz diskutiert. Zweitens wurde noch nicht eindeutig bewiesen, daß die lineare Additivität der Spannungsbeiträge in allen Fällen gilt /34/. Dennoch findet die Gleichung 2.2 breite Anwendung in der Beschreibung der Kriechverformung teilchengehärteter Werkstoffe /32/, da sie den Tatbestand berücksichtigt, daß in den meisten Fällen σ_T den größten Spannungsbeitrag liefert.

2.3 DAS STRICKMODELL FÜR DIE KRIECHVERFORMUNG REINER METALLE

In den letzten Jahrzehnten wurden verschiedene Modelle des Versetzungskriechens von reinen Metallen vorgeschlagen, die das beobachtete Verformungsverhalten aufgrund struktureller Parameter zu erklären versuchten. Blum /35/ verglich diese Modelle und diskutierte ihre Leistungen und Schwächen. Er kam zu dem Schluß, daß in einem Kriechmodell die Verformungsgeschwindigkeit im stationären Zustand $\dot{\epsilon}_s$ durch dynamische Erholung bestimmt wird, die allerdings mit Gleitvorgängen gekoppelt ist /35,36/. Für diese Erholungsreaktionen kommen die Subkorgrenzen als bevorzugte Reaktionsplätze in Frage.

Die Heterogenität der Versetzungsanordnung in einem kriechverformten Werkstoff, der eine Subkornstruktur aufweist, führt dazu, daß die Spannungsverteilung innerhalb des Festkörpers auch heterogen ist /37/. Hohe Versetzungsdichte, wie sie in den Subkorgrenzen gefunden werden, führen zu erhöhten lokalen Spannungen, während in Gebieten mit einer geringen Versetzungsdichte die lokale Spannung niedrig ist (Abb. 2.1). Nix und Ilschner /37/ bezeichneten die Subkorgrenze und die benachbarten Gebiete als harten Bereich und das Subkorninnere als weichen Bereich. In zyklisch beanspruchten Werkstoffen stellt sich eine ähnliche Situation ein /38/. Diese Heteroge-

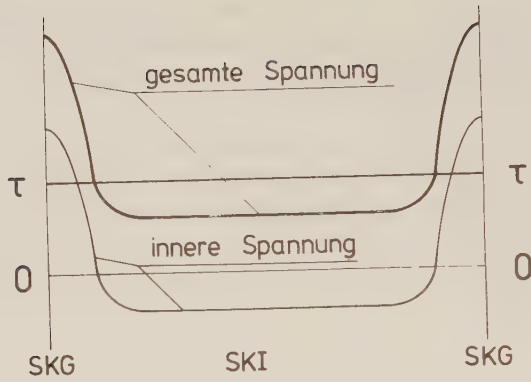


Abb. 2.1 - Schematische Darstellung der inneren Spannungen in den Bereichen der Subkorngrenzen (SKG) und des Subkorninneren (SKI) /37/.

nität der Spannungsverteilung würde anhand der Durchstrahlungselektronenmikroskopie (TEM) bewiesen /39,40/. In diesen Untersuchungen wurde gezeigt, daß der Übergang in der lokalen Spannung vom weichen zum harten Bereich zwar kontinuierlich, aber abrupt ist. Vereinfachend nehmen wir hier an, daß die lokale Spannung in den harten und weichen Bereichen jeweils die Durchschnittswerte σ_h und σ_s hat (Abb. 2.1). Diese lokalen Spannungen müssen folgende Gleichgewichtsbedingung erfüllen:

$$\sigma = f_s \sigma_s + f_h \sigma_h \quad (2.3)$$

wobei σ die angelegte Spannung ist und f_h und f_s die Volumenanteile der harten und weichen Bereiche sind. σ_h nimmt Werte an, die deutlich höher sind als die angelegte Spannung während σ_s kleiner als σ ist /39/. Dieser Tatbestand wird dadurch erklärt, daß im Subkorninneren eine weitreichende innere Rückspannung mit Durchschnittswert σ_b vorhanden ist /37/:

$$\sigma_s = \sigma - \sigma_b \quad (2.4)$$

Die Ursache für diese weitreichende innere Rückspannung liegt z.B. an Versetzungsanordnungen in der Nähe der Subkorgrenzen /39/ oder an der Ausbauchung der Subkorgrenzen /41,42/. Aus den Gleichungen 2.3 und 2.4 geht hervor, daß

$$\sigma_h = k_h \sigma \quad (2.5 \text{ a})$$

$$k_h = 1 + \frac{1 - f_h}{f_h} \frac{\sigma_b}{\sigma} \quad (2.5 \text{ b})$$

Aus dem Vergleich zwischen den Gleichungen 2.4 und 2.5 und in Anlehnung an die innere Rückspannung im weichen Bereich kann eine Vorwärtsspannung im harten Bereich σ_f definiert werden:

$$\sigma_f = \sigma_h - \sigma \quad (2.6 \text{ a})$$

$$\sigma_f = \frac{1 - f_h}{f_h} \sigma_b \quad (2.6 \text{ b})$$

Diese vereinfachende Beschreibung darf nicht den Eindruck erwecken, die harten und weichen Bereiche seien statische Gebilde. Um die Kontinuität des Festkörpers zu gewährleisten, muß die Verformungsgeschwindigkeit der harten und der weichen Bereiche gleich sein /43/. Die Versetzungsaktivität an den Subkorn Grenzen ist sehr intensiv, Versetzungen werden eingebaut und extrahiert /40,44/. Der wesentliche Punkt ist nun, daß diese Reaktionen zwischen beweglichen Versetzungen und Subkorn Grenzen zu dynamischer Erholung führen /45/. Auf diesem Befund beruht das Strickmodell: Die Vernichtung von Versetzungen in einer Subkorn Grenze wird dadurch ausgelöst, daß dieses Netzwerk durch gleitende Versetzungen geschnitten wird /35,45,46/.

Hausselt und Blum /47/ zeigten, daß die Verformungsgeschwindigkeit im stationären Zustand $\dot{\epsilon}_s$ proportional zur Vernichtungsrate der Versetzungen $\dot{\rho}^-$ ist. Es wurde oben darauf hingewiesen, daß diese Größe mit dem Schneiden von Subkorn Grenzen zusammenhängt. Dieser Gleitvorgang ist thermisch aktiviert und kann anhand eines phänomenologischen Ansatzes beschrieben werden /48/. Demnach ist die freie Aktivierungsenthalpie ΔG proportional zur gesamten freien Energie F_0 , die zum Überwinden des Hindernisses nötig ist. Für ein rechteckiges Hindernis, dessen Höhe (Stärke) $\hat{\tau}$ (Abb. 2.2) ist, drückt sich diese Proportionalität aus durch:

$$\Delta G = \left(1 - \frac{\tau}{\hat{\tau}} \right) F_0 \quad (2.7)$$

wobei τ die effektive Spannung ist, die zum Überwinden des Hindernisses zur Verfügung steht. In dem Strickmodell wird die Subkorn Grenze als Hindernis und die lokale Schubspannung in diesem harten Bereich σ_h/M als effektive Spannung herangezogen, wobei M der Taylorfaktor ist. Blum und Schmidt /49/

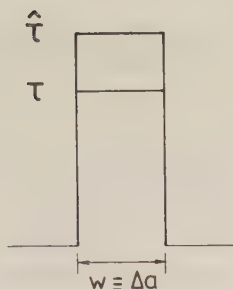


Abb. 2.2 - Schematische Darstellung eines Hindernisses.

setzten für F_0 die Fläche des rechteckigen Hindernisses ein, wobei die Breite Δa durch folgende Beziehung wiedergegeben wird:

$$\Delta a = z b^2 s \quad (2.8)$$

$z \approx 1$ ist ein numerischer Faktor, b ist der Burgersvektor des aktiven Gleitsystems und s ist der mittlere Versetzungsabstand in den Subkorngrenzen. Aus den Gleichungen 2.7 und 2.8 erhalten die Autoren für die Spannungsabhängigkeit der Verformungsrate $\dot{\rho}^-$ folgende Beziehung:

$$\dot{\rho}^- \propto \exp \left(\frac{z b^2 s \sigma h}{M k T} \right) - 1 \quad (2.9)$$

wobei k die Boltzmannkonstante und T die absolute Temperatur ist. Der Term -1 in dieser Gleichung berücksichtigt die bei thermisch aktivierten Vorgängen immer vorhandene Möglichkeit, daß der Prozeß in umgekehrter Richtung abläuft. Es ist jetzt möglich, auf die Proportionalität zwischen $\dot{\epsilon}_s$ und $\dot{\rho}^-$ zurückzugreifen und die Grundgleichung des Strickmodells aufzustellen:

$$\dot{\epsilon}_s \propto \exp \left(\frac{b^2 s \sigma h}{M k T} \right) - 1 \quad (2.10)$$

wobei der numerische Faktor z der Einfachheit halber gleich 1 gesetzt wurde. An dieser Stelle muß noch bemerkt werden, daß dieses Modell keineswegs andere Beschreibungen ausschließt. Vielmehr muß es als komplementär zu anderen Modellen betrachtet werden, die beispielsweise von der Subkorn Grenzenwanderung oder von Vorgängen im Subkorninneren ausgehen /45/.

Das Strickmodell ermöglicht also die Bestimmung der Spannungsabhängigkeit von ϵ_s anhand folgender Strukturparameter:

- a) des Burgersvektors b ;
- b) des mittleren Versetzungsabstandes in den Subkorn Grenzen s ;
- c) des Volumenanteils der harten Bereiche f_h ;
- d) der weitreichenden inneren Rückspannung σ_i .

Für ein kfz-Metall mit Gitterkonstante a wird der Burgersvektor als $a/\sqrt{2}$ eingesetzt, denn in diesem Falle werden praktisch nur Gleitsysteme des Typs $[[110]]((111))$ aktiviert. s und f_h müssen experimentell durch TEM-Untersuchungen bestimmt werden, wobei für f_h die Breite der harten Bereiche definiert werden muß. Hier kann die örtliche Bestimmung der lokalen Spannung durch Elektronenmikroskopie /39,40/ behilflich sein. Diese Methode kann auch für die Ermittlung von σ_b eingesetzt werden, aber die Untersuchung von mehreren Bereichen ist erforderlich, damit der Durchschnittswert im Werkstoffinneren berechnet werden kann. Eine alternative Methode, die einen mittleren Wert der inneren Rückspannung σ_i liefert, ist die Spannungsreduktionstechnik (dip test), deren Auswertung neuerdings von Blum und Finkel /50/ verbessert wurde. Die experimentelle Bestimmung von s und f_h und die Interpretation der Meßgröße σ_i werden in laufenden Arbeiten abgesichert bzw. verbessert. Parallel zur Diskussion der in dieser Arbeit gewonnenen experimentellen Ergebnisse (Kap. 5) werden die Probleme bei der Bestimmung bzw. Interpretation dieser Meßgröße erneut angesprochen.

2.4 ERWEITERUNG DES STRICKMODELLS AUF TEILCHENGEHÄRTETE LEGIERUNGEN

Im vorherigen Abschnitt wurden die Grundlagen des Strickmodells der Kriechverformung reiner Metalle vorgestellt. Dieses Modell basiert auf dynamischen Erholungsvorgängen, die an Subkorn Grenzen stattfinden. Viele teilchengehärtete Legierungen weisen nach Kriechverformung gut ausgebildete Subkornstrukturen auf. Es liegt also nahe, daß eine abgewandelte Form des Strickmodells das Kriechverhalten dieser Werkstoffe erklären kann.

Im Abschnitt 2.2 wurde darauf hingewiesen, daß in der Beschreibung der Kriechverformung teilchengehärteter Werkstoffe der Abzug eines Parameters σ_T von der angelegten Spannung häufig vorgenommen wird (Gl. 2.2). Es wurde dabei betont, daß die Bestimmung des Parameters σ_T aus den verschiedenen Kenngrößen des Teilchengefüges problematisch ist. Dennoch machen wir hier in erster Näherung von diesem Ansatz Gebrauch und erweitern damit das Strickmodell auf Werkstoffe mit einer Teilchendisposition.

Die Bewegung einer Versetzung wird im allgemeinen von folgenden Größen bestimmt:

- a) von der angelegten Spannung;
- b) von den Wechselwirkungen mit Atomen der Matrix;
- c) von den Wechselwirkungen mit der Versetzungsstruktur (einschließlich anderer beweglicher Versetzungen);
- d) von den Wechselwirkungen mit der Teilchenstruktur.

Wir setzen hier voraus, daß die Mischkristalleffekte (b) bei der hohen Temperatur den anderen Beiträgen gegenüber vernachlässigt werden können. In dem oben genannten Ansatz (Gl. 2.2) werden alle Beiträge, die unter (d) eingeordnet werden, in einem Parameter σ_T gesammelt. Es wird angenommen, daß der teilchengehärtete Werkstoff hinsichtlich seines Verformungsverhaltens bei einer Spannung σ demjenigen entspricht, der ohne Teilchen, aber mit gleicher Versetzungsstruktur bei einer

Spannung $\sigma - \sigma_T$ verformt wird /51/. In der Formulierung des Strickmodells ändert sich durch diesen Abzug die lokale Spannung in den harten Bereichen. Sie wird durch eine der folgenden Gleichungen wiedergegeben:

$$\sigma_h = (\sigma - \sigma_T) + \sigma_f \quad (2.11)$$

$$\sigma_h = k_h (\sigma - \sigma_T) \quad (2.12 \text{ a})$$

$$k_h = 1 + \frac{1 - f_h}{f_h} \frac{\sigma_b}{\sigma - \sigma_T} \quad (2.12 \text{ b})$$

In dieser erweiterten Form bleibt die Gleichung 2.10 Grundgleichung des Modells, wobei σ_h durch die Gleichung 2.11 bzw. 2.12 a gegeben wird.

3 EXPERIMENTELLE METHODEN

3.1 WERKSTOFF: ZUSAMMENSETZUNG UND WÄRMEBEHANDLUNG

Die in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden aus zwei Chargen der Legierung Incoloy 800 H genommen. Ihre Zusammensetzung ist (Angabe des Herstellers, Henry Wiggin & Company Limited, England) wie folgt:

Charge	Ni	Cr	Ti	Al	Co	Mn	Si	Cu	C	S	Fe
1	30,7	19,8	0,47	0,27	0,51	0,75	0,27	0,39	0,084	0,005	Rest
2	31,6	19,5	0,35	0,24	0,22	0,59	0,54	0,20	0,07	0,004	Rest

Tab. 3.1 - Zusammensetzung der Chargen der Legierung 800 H.
Angaben in Gew. %.

Das Material wurde in Form von Stäben mit 12 mm Durchmesser im weichgeglühten Zustand geliefert. Dieser Zustand ist für Anwendungen bei hohen Temperaturen nicht zugelassen /52/. Die verschiedenen Normungen sehen für diesen Anwendungsbereich eine Lösungsglühung bei 1100°C-1150°C vor. Das gelieferte Material wurde bei 1150°C für eine Stunde gegläht; die Glühungsdauer wurde nach den Abmessungen der zu behandelnden Stücke gewählt /52/. Einige Stücke der Charge 2 wurden bei 1220°C gegläht. Die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte in Wasser.

Die mechanischen Eigenschaften der Legierung 800 H werden durch die thermische Vorgeschichte des Werkstoffs beeinflusst. Die für diese Arbeit relevanten Wärmebehandlungen sind:

- T1 - Lösungsglühung bei 1150°C für 1 h, Abkühlung in Wasser;
- T2 - T1, anschließend Aufheizen in der Kriechapparatur auf 800°C;
- T3 - T1, anschließend Auslagerung bei 800°C für 350 h;
- T4 - Lösungsglühung bei 1220°C für 1 h, Abkühlung in Wasser, anschließend Aufheizen in der Kriechapparatur auf 800°C.

Die oben erwähnte Kriechapparatur wird im Abschnitt 3.2.2 näher beschrieben. Zwischen dem Einschalten des Ofens und der Probenbelastung lag in fast allen Versuchen genau eine Stunde Zeit. Die Probentemperatur erreichte während des Aufheizens den höchsten Wert von 815°C . Das Zeitintervall, in dem die Temperatur den Sollwert (800°C) überschritt, hatte eine Dauer von 25 min.

Die Zusammensetzung und Wärmebehandlung einer Probe wird in dem Rest dieser Arbeit durch die Formel $T_{x,y}$ gegeben, wobei T_x die Wärmebehandlung nach dem obigen Verzeichnis ($x \in \{1,2,3,4\}$) ist und y die Charge nach der Bezeichnung der Tabelle 3.1 ($y \in \{1,2\}$) bedeutet.

Alle Wärmebehandlungen wurden in Kammeröfen an Luft durchgeführt.

3.2 KRIECHVERSUCHE

3.2.1 Zugproben

Die Zugproben wurden aus den lösungsgeglühten Stücken durch spannablebende Formgebung an einer Drehbank hergestellt. Nominell hat der Meßbereich eine Länge von 30 mm und einen Durchmesser von 6 mm; die genauen Werte wurden für jede Probe einzeln ermittelt. Die Mantelfläche wurde möglichst schonend bearbeitet und mit feinem Schmirgelpapier nachgearbeitet. Für die Einspannung in die Kriechapparatur wurden an den beiden Enden M10-Gewinde geschnitten. In den Übergangsbereichen zwischen der Meßlänge und den Probeenden ändert sich der Durchmesser kontinuierlich. In diesem Bereich hat das Probenprofil einen Krümmungsradius von ca. 5 mm.

3.2.2 Kriechapparatur

Blum und Pschenitzka /53/ beschrieben eine Kriechapparatur, die am Institut für Werkstoffwissenschaften I der Universität Erlangen-Nürnberg entwickelt wurde. Schepp /54/ berichtete ausführlich über eine verbesserte Version dieser Maschine. Die in dieser Arbeit eingesetzte Kriechapparatur wurde auch aus dem ursprünglichen Konzept entwickelt. Sie wird in der Abbildung 3.1 schematisch dargestellt.

Die Probe (1) wird zwischen den Zugstempeln (2) eingespannt. Der untere Zugstempel verbindet die Probe mit der am Rahmen befestigten Kraftmeßdose (3). Voraussetzung für die einachsige Belastung der Probe ist, daß beide Zugstempel die gleiche Symmetrieachse besitzen. Die Ausrichtung beider Stempel wurde in dieser Hinsicht periodisch überprüft. Über den oberen Zugstempel wird die Kraft übertragen, die sich aus dem auf den Lasttellern (4) aufgelegten Gewicht ergibt. Der Andrade-Chalmers-Hebelarm (5) hat eine anfängliche Übersetzung von 10:1 und hält unter Voraussetzung gleichmäßiger Dehnung die Spannung in der Probenmeßlänge konstant. Für die Berechnung des Hebelarmprofils müssen die Probenmeßlänge und die Lage des Hebelarms bei Versuchsanfang festgelegt werden. Diese Apparatur wurde für Proben mit 30 mm Meßlänge ausgelegt, und der obere Teil des Hebelarms muß am Anfang des Versuches waagrecht liegen, wie er in der Abbildung 3.1 dargestellt wird. Allerdings ist die Nachgiebigkeit der Apparatur und die anfängliche Probenausdehnung bei hohen Temperaturen und Belastungen relativ groß. Die Ausgangsstellung des Hebelarms vor der Belastung kann anhand eines am Rahmen befestigten Zeigers (6) und einer auf dem Hebelarm angebrachten Meßskala so eingestellt werden, daß der Hebelarm sich beim Einsetzen der (zeitabhängigen) Kriechverformung an der geeigneten Stelle befindet. Damit die Probenbelastung sich ausschließlich aus der aufgelegten Last (4) ergibt, werden die Eigengewichte des Hebelarms und des oberen Zugstempels jeweils durch die Gegengewichte (7) und (8) kompensiert. Diese Gegengewichte werden so gewählt bzw. justiert, daß das Moment der beiden Systeme um

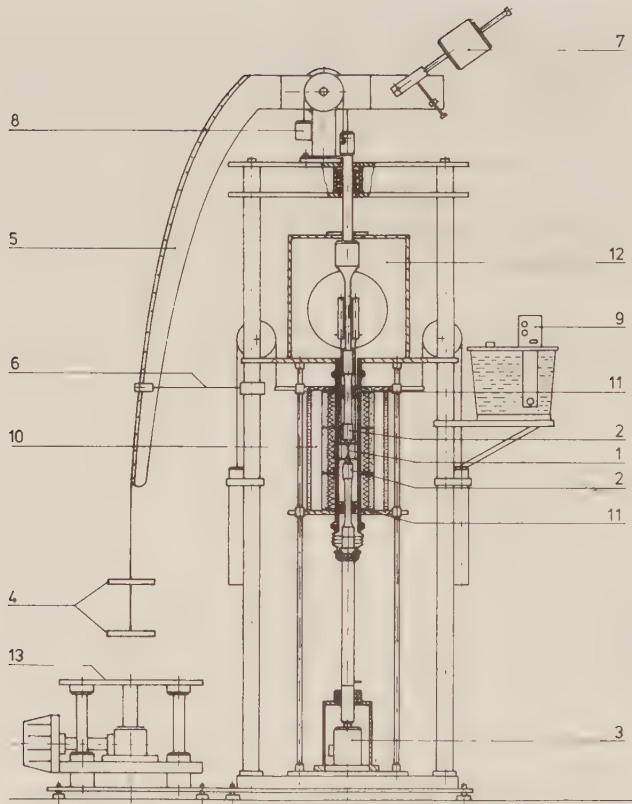


Abb. 3.1 - Kriechapparatur für konstante Spannung:

- | | |
|-----------------|----------------------|
| 1: Zugprobe | 8: Gegengewicht |
| 2: Zugstempel | (oberer Zugstempel) |
| 3: Kraftmeßdose | 9: Thermostat |
| 4: Lastteller | 10: Ofen |
| 5: Hebelarm | 11: Strahlungsbleche |
| 6: Zeiger | 12: Gehäuse |
| 7: Gegengewicht | 13: Hubtisch |
| (Hebelarm) | |

2.2 WECHSELWIRKUNG ZWISCHEN VERSETZUNGEN UND TEILCHEN

Die Kriecheigenschaften metallischer Werkstoffe können durch eine feine Teilchendispersion erheblich verbessert werden. Diese Erkenntnis steht seit mehreren Jahrzehnten fest und wird seitdem in der Entwicklung neuer Hochtemperaturwerkstoffe genutzt. Die Teilchendispersion wird auf verschiedene Weisen hergestellt: Ausscheidung von intermetallischen oder Metall-Nichtmetall Verbindungen, innere Oxidation von Legierungselementen, herkömmliche pulvermetallurgische Verfahren, mechanisches Legieren. Die Mechanismen des Versetzungs- und Diffusionskriechens in teilchengehärteten Werkstoffen sind von großer Komplexität und, weil sie von erheblicher Bedeutung sind, werden in der Literatur in einer Vielzahl von Studien behandelt /z.B. 26,27/.

Es wurde bereits erwähnt, daß die Legierung 800 H unter normalen Betriebsbedingungen einen geringen Volumenanteil von Karbiden bzw. Karbonitriden aufweist. Allerdings wird in dieser Arbeit gezeigt, daß der Beitrag des Teilchengefüges in der Untersuchung des Kriechverhaltens dieses Werkstoffs nicht vernachlässigt werden darf (vgl. Abschn. 5.1, 5.2 und 5.3).

Die chemischen Bindungen in Karbiden und Karbonitriden haben einen großen kovalenten Anteil /28/, und deswegen weisen diese Phasen bezüglich ihrer Härte und ihres Elastizitätsmoduls große Werte auf /29/. Die Karbidteilchen unterscheiden sich somit in ihren Verformungseigenschaften von der austenitischen Matrix der Legierung 800 H, so daß dieser Werkstoff als plastisch heterogen betrachtet werden kann. Ashby /30/ analysierte die Verformung dieser Klasse von Werkstoffen und zeigte, daß die Dehnungsgradienten in der Matrix durch den Aufbau von Versetzungsanordnungen um die harten Teilchen akkommodiert werden. Diese Versetzungsstrukturen erzeugen eine weitreichende innere Rückspannung, die die Bewegung der verformungstragenden Versetzungen beeinflusst. Nach der Auffassung von Ashby ist also der Beitrag der Teilchen zur Werkstoffhärtung doppelter Natur:

der die Wegaufnehmer geführt werden, mit Wasser durchspült. Beide Kreisläufe werden mit dem Thermostaten (9) versorgt. Die Auflösung der Längeänderungsmessung wird durch das Einsetzen eines automatischen Spannungskompensationsgerätes erheblich gesteigert /54/. Dieses Gerät ermöglicht auch die Mittelwertbildung der Signale aus beiden Wegaufnehmern. Die Meßgenauigkeit für die Probendehnung bei 800°C und in bezug auf eine Meßlänge von 30 mm beträgt 5×10^{-6} . Die Auflösungsgrenze für die Dehngeschwindigkeit bei der Versuchstemperatur beträgt $5 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$.

Durch die Aufteilung der Gewichte auf zwei Lastteller (4) besteht die Möglichkeit, die angelegte Spannung zwischen zwei (ggf. mehreren) Werten zu alternieren. Mit einem elektrisch betriebenen Hubtisch (13) werden diese Spannungswechsel schnell und auf eine wiederholbare Weise durchgeführt. Die Steuerung dieses Hubtisches erfolgt wahlweise manuell oder über eine elektronische Steuereinheit. Anhand dieses Gerät können die Spannungswechsel zyklisch durchgeführt werden, wobei die Dauer der jeweiligen Belastungsphase zwischen 4 s und 1000 s eingestellt werden kann. Die Spannungsschwingungen bei diesen Wechseln können durch die Anbringung eines Dämpfungspolsters an der unteren Seite des unteren Lasttellers vermindert werden /55/. Die Abbildung 3.2 zeigt die Lastschwingungen bei einem Spannungswechsel zwischen 6 MPa und 125 MPa, die unter normalen Versuchsbedingungen mit einem Oszillograph aufgenommen wurden: Der höchste Wert übersteigt die Sollspannung um 1,7 MPa. Allerdings hat dieses System den Nachteil, daß der obere Lastteller ungedämpft bleibt. Wenn die Last auf diesem Teller gering ist, sind seine Schwankungen klein und fallen schnell ab. Wenn aber das Trägheitsmoment des oberen Lasttellers groß ist, können große Schwingungen auftreten, die bei einfachen Spannungswechseln manuell verhindert werden. Die Dauer des Übergangsbereiches zwischen den zwei Spannungswerten beträgt weniger als 1 s.

Die elektronischen Geräte zur Versorgung der oben beschriebenen Systeme bzw. zur Verstärkung oder Verarbeitung der Meßsignale befinden sich alle in einem Meßschrank, an dem auch

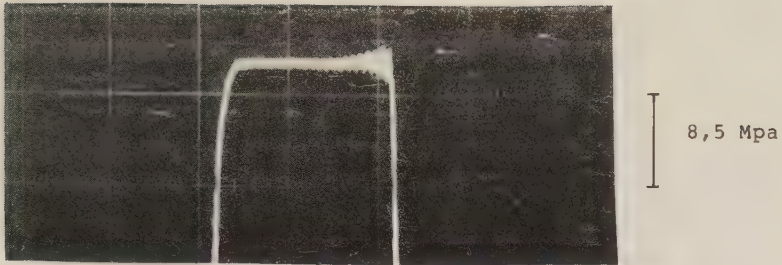


Abb. 3.2 - Lastschwingungen nach einem Spannungswechsel von 6 Mpa auf 125 MPa.

ein Kompensationsschreiber mit vier Kanälen eingebaut ist. In jedem Kriechversuch wurden der Mittelwert aus den Meßsignalen beider Wegaufnehmer, das Meßsignal von einem einzelnen Wegaufnehmer, die Last und die Temperatur kontinuierlich registriert. Die Aufzeichnung der Probenlängenänderung über ein einzelnes und über das gemittelte Signal ermöglicht es, während eines Versuches die Abwesenheit von Biegemomenten zu überprüfen. Allerdings vermag dieses Meßsystem (zwei symmetrisch angeordnete Wegaufnehmer) nicht, Biegemomente zu erfassen, deren Drehachse auf der Ebene der Wegaufnehmer liegt oder nur einen kleinen Winkel mit dieser Ebene bildet. Ein Meßsystem mit drei symmetrisch angeordneten Wegaufnehmern wird z.Zt. entwickelt /56/.

3.2.3 Versuchsauswertung

Die effektive Meßlänge der Probe bei der Versuchstemperatur wurde anhand der während des Aufheizens gemessenen Probenverlängerung bestimmt. Dieser effektive Wert galt als Bezugsgröße für die Berechnung der wahren Dehnung aus der registrierten Längenänderung der Probe. Der Beitrag der Probenaufläufe (Übergangsbereiche zwischen der Meßlänge und den Probenenden) zur elastischen Verformung der Probe wurde in der Auswertung von Spannungswechselversuchen (Abschn. 4.1.1.4)

berücksichtigt. Der Beitrag dieser Übergangsbereiche zur Kriechdehnung wurde vernachlässigt.

Abweichungen bei der Probenherstellung und die thermische Ausdehnung der Probe verursachen, daß die erforderliche anfängliche Meßlänge überschritten wird. Dies hat zur Folge, daß die Spannung im Laufe des Versuches nicht konstant bleibt. Unter Annahme homogener Dehnung wurde für die hier geltenden Verhältnisse abgeschätzt, daß diese Abweichung bei einem Dehnungsgrad von 0,25 eine Abnahme von ca. 0,7 % der angelegten Spannung bedeutet. Dieser Wert ist etwas kleiner als der beobachtete Spannungsabfall. Andere Fehlerquellen liegen z.B. an Abweichungen des Hebelarmprofils von der idealen Form und an der plastischen Verformung der Probenausläufe.

Die originale Schreiberkurve beinhaltet das gemittelte Signal der Wegaufnehmer als Funktion der Zeit. Nach Digitalisierung dieser Kurve erfolgt in einer Rechneranlage die Berechnung der wahren Dehnung. Anschließend wird durch ein numerisches Differentiationsverfahren jedem Wertepaar (t, ϵ) die jeweilige Kriechgeschwindigkeit zugeordnet.

In einem Teil der Kriechversuche wurde die Spannung zyklisch zwischen zwei Werten gewechselt. Im unteren Teil der Abbildung 3.3 wird der zeitliche Spannungsverlauf dargestellt. Kennzeichnend für diese Zyklen sind die Ober- und Unterspannung, σ_0 und σ_u , und die Zeitdauer der jeweiligen Belastungsphase, t_0 und t_u . Die Zyklusperiode wird definiert als:

$$\Delta t = t_0 + t_u \quad (3.1)$$

In dieser einfacher Darstellung wird die Dauer des Übergangsbereiches zwischen den Spannungswerten vernachlässigt. Bei den Versuchen unter zyklischer Belastung wurde dieses kleine Zeitintervall berücksichtigt. In den meisten Fällen wurden t_0 und t_u gleich gewählt. Es wird ausdrücklich darauf hingewiesen, wenn das nicht zutrifft. Für die Darstellung der Meßergebnisse ist auch der Parameter R hilfreich, der durch folgende Gleichung definiert wird:

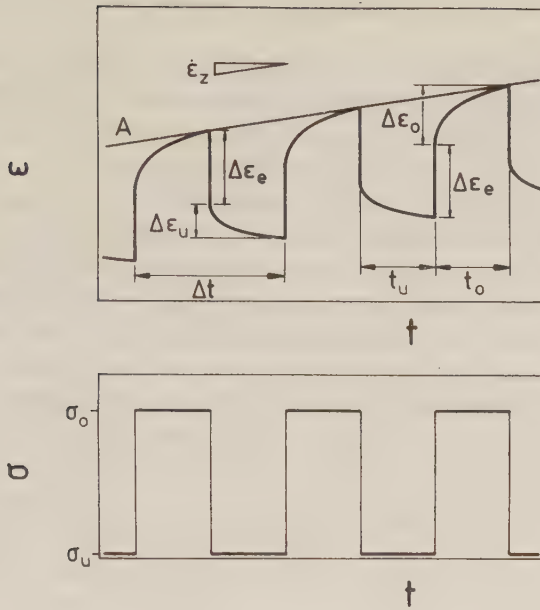


Abb. 3.3 - Schematische Darstellung des Spannungs- und Dehnungsverlaufs bei zyklischer Belastung.

$$R = \sigma_u / \sigma_o \quad (3.2)$$

Der zeitliche Verlauf des Dehnungsgrades wird schematisch im oberen Teil der Abbildung 3.3 dargestellt. Nach jeder Spannungserhöhung tritt eine elastische Dehnung $\Delta\epsilon_e$ auf, die hier ausschließlich auf die elastische Verformung des Kristallgitters zurückgeführt wird. Zusätzlich treten nichtelastische Beiträge auf, die mit $\Delta\epsilon_o$ und $\Delta\epsilon_u$ bezeichnet werden. Diese Beiträge setzen sich aus reversiblen und irreversiblen Anteilen zusammen:

$$\Delta \epsilon_k = \Delta \epsilon_{k,r} + \Delta \epsilon_{k,i} \quad , k \in \{o, u\} \quad (3.3)$$

Die Reversibilität wird hier im mikroskopischen Sinne als die reversible Bewegung von Gitterbaufehlern (z.B. Gleiten von Korngrenzen, Schwingen von Versetzungsbogen) verstanden. In makroskopischen Sinne gleichen sich diese reversiblen Beiträge am Ende eines Zyklus aus. Fortan werden die nichtelastischen, reversiblen Beiträge als anelastisch bezeichnet /57/. Eine Trennung der elastischen und anelastischen Beiträge, wie sie in der Abbildung 3.3 angedeutet wird, ist in der Tat unmöglich, denn ein Teil der anelastischen Beiträge läuft bereits während der Spannungsreduktion zusammen mit der elastischen Verformung ab. Die Nettoverformung am Ende eines Zyklus $\Delta \epsilon_z$ wird also durch die irreversiblen Anteile bestimmt:

$$\Delta \epsilon_z = \Delta \epsilon_{o,i} + \Delta \epsilon_{u,i} \quad (3.4)$$

Die zyklische Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_z$ wird definiert als:

$$\dot{\epsilon}_z = \Delta \epsilon_z / \Delta t \quad (3.5)$$

Diese Größe kann durch die Steigung der umhüllenden Kurve erhalten werden. In der Abbildung 3.3 wird diese Kurve durch die Gerade A dargestellt. Anhand dieser Definition werden die Kriechversuche unter zyklischer Belastung nach der gleichen Methode ausgewertet, die für die Versuche unter monotoner Belastung angewandt wird. Die Auflösungsgrenze von $\dot{\epsilon}_z$ liegt in der Nähe von $2 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$.

3.3 METALLOGRAPHISCHE UNTERSUCHUNGEN

Die Schliffe wurden mit den üblichen Methoden des Naßschleifens und Polierens hergestellt. Zur Kontrastbildung wurden die Proben in einer wässrigen H_3PO_4 -Lösung (3,5 Vol. %) elektrolytisch geätzt (Spannung zwischen 6 V und 8 V, Ätzzeit ab 10 s). Die TEM-Proben wurden aus Scheiben hergestellt, die mit einem Diamantsägeblatt und niedriger Umdrehungsgeschwindigkeit aus den kompakten Proben getrennt wurden. Mit feinem Schleifpapier wurde die Dicke dieser Scheiben auf 0,15 mm reduziert. Anschließend wurden aus den Scheiben Proben mit 3 mm Durchmesser herausgestanzt. Die Dünnung dieser Proben wurde elektrolytisch in einer Düsenstrahl-Apparatur der Firma Struers vom Typ "Tenupol" durchgeführt. Der Elektrolyt war eine Lösung aus Essigsäure (96 %) und Perchlorsäure (60 %) im Volumenverhältnis 10:1 bei 8°C, und die Spannung wurde zwischen 35 V und 40 V eingestellt.

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden an einem Gerät des Typs Orthoplan der Firma Leitz Wetzlar durchgeführt. Für die rasterelektronenmikroskopischen Beobachtungen wurde ein Gerät Typ JSM U3 der Firma JEOL mit einem energiedispersiven Analysesystem der Firma EDAX eingesetzt. Die durchstrahlungselektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden teils an einem Gerät Philips EM 300, teils an einem EM 400 T mit einem STEM-Aggregat und einem energiedispersiven Analysesystem EDAX 9100 durchgeführt.

Die Gitterparameter der verschiedenen Phasen wurden aus Elektronenbeugungsbildern bestimmt, wobei zur Eichung eine polykristalline Probe aus Reinaluminium eingesetzt wurde.

4 EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE

4.1 KRIECHVERHALTEN DER LEGIERUNG 800 H BEI 800°C

4.1.1 MONOTONES KRIECHEN

4.1.1.1 Kriechversuche bei konstanter Spannung

Die Abbildungen 4.1 a und b geben in der Auftragung $\epsilon \times t$ das monotone Kriechverhalten von Proben der Sorte T2.1 im Spannungsbereich zwischen 60 und 120 MPa wieder. Diese Ergebnisse werden in der Abbildung 4.2 in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ zusammengefaßt, wobei N ein Normalisierungsfaktor mit dem Wert 1 s^{-1} ist. Auffallend ist, daß nach dem anfänglichen Abfall die Kriechgeschwindigkeit ein Minimum durchläuft und dann ansteigt. Dieses Minimum zeigt sich mit abnehmender Spannung ausgeprägter. Dieses Verhalten wurde bereits an Incoloy 800 H /58/ und Inconel 617 /54/ unter ähnlichen Bedingungen beobachtet. Der Anstieg der Kriechgeschwindigkeit klingt aus: Ab einem bestimmten Wert der Dehnung hält die Kriechgeschwindigkeit einen ziemlich konstanten Wert. Dieser Bereich mit konstanter Kriechgeschwindigkeit kann als sekundär bezeichnet werden; diesem schließt sich infolge des eintretenden Bruches der tertiäre Bereich an. Der Dehnungsgrad für das Erreichen des minimalen Wertes nimmt mit abnehmender Spannung ab; die Zeitspanne dafür nimmt aber zu. Auch hier stimmen unsere Ergebnisse mit denen von Schepp /54/ überein.

In ähnlicher Weise zeigen die Abbildungen 4.3 und 4.4 das Kriechverhalten von Proben der Charge 2 nach der Wärmebehandlung T2. In den Abbildungen 4.3 a bis c ist der Verlauf der Verformung über der Zeit für Spannungen zwischen 60 und 160 MPa aufgetragen. Die Bruchdehnung von Proben der Sorte T2.2 liegt nach diesen Abbildungen zwischen 0,37 und 0,43. Im Vergleich dazu erreichen die Proben der Sorte T2.1 Dehnungen zwischen 0,18 und 0,22 (Abb. 4.1, wobei andere Ergebnisse vorliegen, die in diese Abbildung nicht aufgenommen wurden). Tavassoli und Colombe /59/ berichten über Unterschiede im

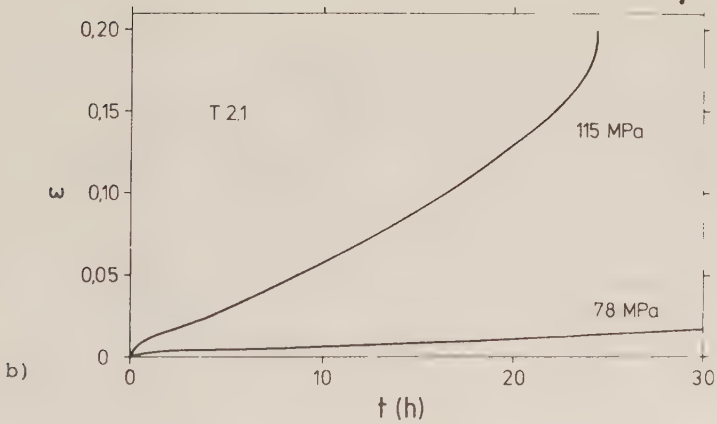
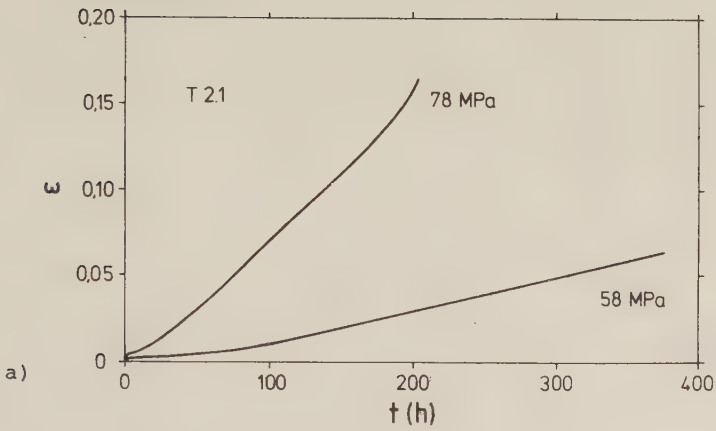


Abb. 4.1(a,b) - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T2.1

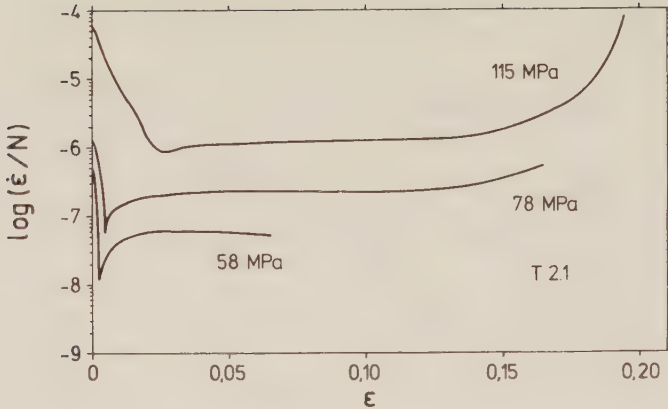


Abb. 4.2 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T2.1. $N = 1 \text{ s}^{-1}$ ist ein Normalisierungsfaktor.

gleichen Ausmaß in der Bruchdehnung von Chargen der Legierung 800 H mit ähnlicher Zusammensetzung. In der Abbildung 4.4 werden die Ergebnisse der Versuche an Proben der Sorte T2.2 in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ dargestellt. Wegen experimenteller Schwierigkeiten konnte in einigen dieser Versuche die Aufheizzeit von einer Stunde nicht eingehalten werden. Sie beträgt für die mit gestrichelter Linie dargestellten Versuche genau zwei Stunden, so daß diese Proben insofern von der Wärmebehandlung T2 abweichen. Für die niedrigste Spannung erkennt man einen Verlauf ähnlich dem der Proben der Sorte T2.1. Bei den höheren Spannungen breitet sich der primäre Übergangsbereich über ein größeres Dehnungsintervall aus als im vorherigen Fall. Bei den höchsten Spannungen tritt nach dem anfänglichen Abfall ein kleines Segment ohne deutliche Änderung von $\dot{\epsilon}$ ein. Dem folgt ein langer Abschnitt mit einer milden Abnahme der Kriechgeschwindigkeit.

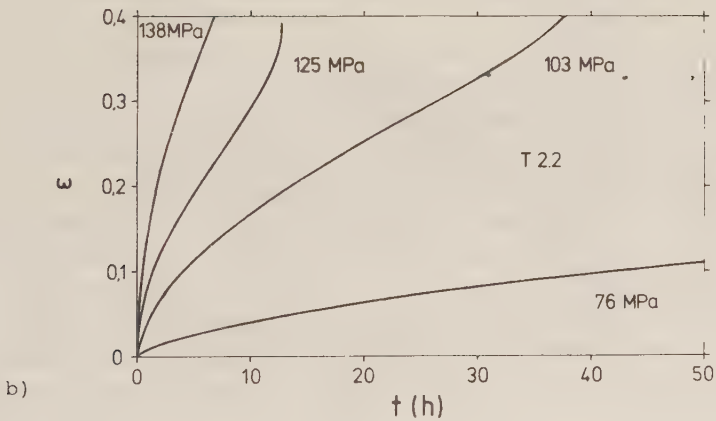
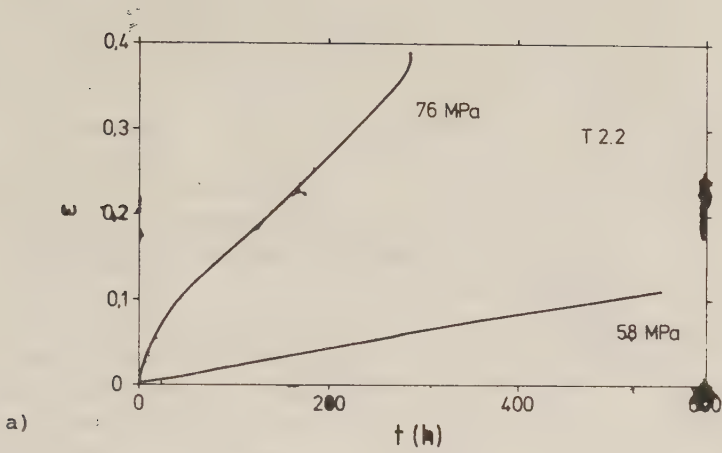


Abb. 4.3 (a,b,c) - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T2.2.

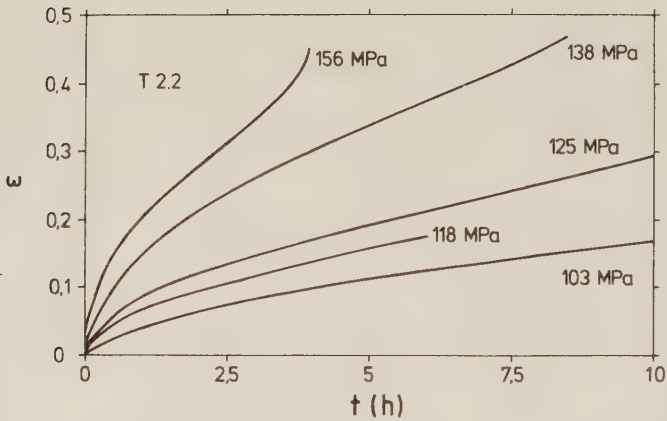


Abb. 4.3 c

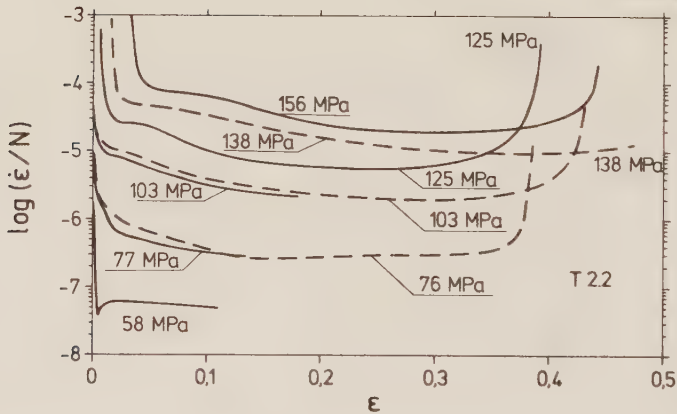


Abb. 4.4 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T2.2. Die Proben für die mit gestrichelter Linie dargestellten Kriechversuche haben allerdings eine davon abweichende Vorbehandlung (s. Text).

Die Abbildungen 4.5 und 4.6 geben den Kriechverlauf von Proben der Sorte T3.2 wieder. Zum Vergleich sind in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ (Abb. 4.6) auch Kriechkurven von T2.1 (bei 78 MPa) und von T2.2 (bei 77 MPa) mit aufgenommen: Die Proben der Charge 2 weisen im Gegensatz zu denen der Charge 1 kein Minimum auf. Darüber hinaus wird die Kriechgeschwindigkeit zumindest für Dehnungen bis 0,1 durch eine zusätzliche Wärmebehandlung von 350 h bei 800°C (T3.2) erhöht.

Das Kriechverhalten von Proben der Sorte T4.2 wird durch die Abbildungen 4.7 und 4.8 dargestellt. Als Vergleichsbasis wird die Kriechkurve einer Probe der gleichen Charge nach der Wärmebehandlung T2 bei 77 MPa mit aufgenommen. Der wesentliche Unterschied besteht darin, daß für kleine Dehnungen die Kriechgeschwindigkeit der Probe der Sorte T4.2 tiefer liegt als die, die an der Sorte T2.2 gemessen wurde. Für größere Dehnungen nähern sich die Kurven an.

4.1.1.2 Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit

Eine zusammenfassende Darstellung der im letzten Abschnitt vorgestellten Ergebnisse wird üblicherweise anhand einer Auftragung $\log \dot{\epsilon} \times \log \sigma$ gemacht /60/. Diese Darstellung wird aber in der Literatur nur zu häufig ohne die gebührende Sorgfalt durchgeführt. Einer klaren Aussage über die Spannungsabhängigkeit der Kriechverformung sollten nur miteinander vergleichbare Daten zugrunde liegen. Selten wird aber berücksichtigt, ob die Versetzungsstruktur bzw. das Phasengefüge für die verwendeten Werte von $\dot{\epsilon}$ überhaupt vergleichbar sind. Solche Auftragungen mögen den funktionellen Zusammenhang zwischen $\dot{\epsilon}_{\min}$ und σ darstellen, liefern aber keinen deutlichen Hinweis auf den Verformungsmechanismus.

Der Vollständigkeit halber werden in den Abbildungen 4.9 a und b die Auftragungen $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \log(\sigma/S)$ jeweils für die Sorten T2.1 und T2.2 wiedergegeben, wobei N und S Normalisierungsfaktoren jeweils mit den Werten 1 s^{-1} und 1 MPa sind. Im Falle der Sorte T2.1 wurden zwei Werte aus jeder Kurve entnommen: Die minimale Kriechgeschwindigkeit ($\epsilon < 0,02$) und der

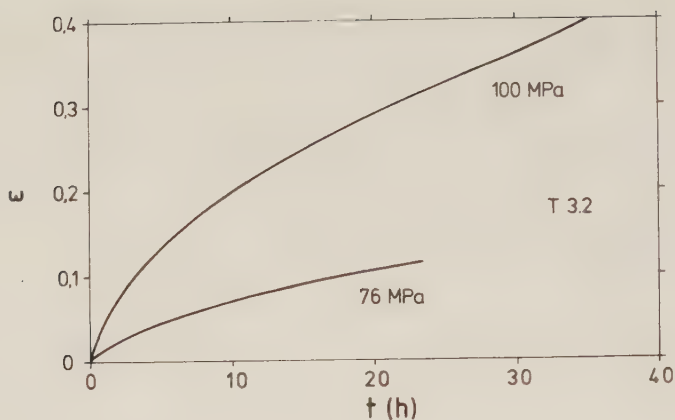


Abb. 4.5 - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für zwei Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T3.2.

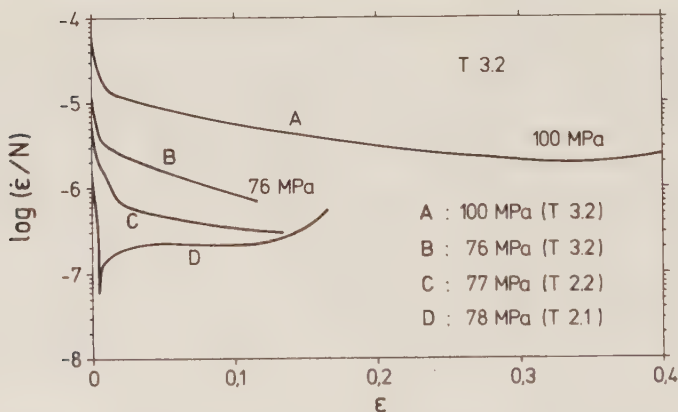


Abb. 4.6 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für zwei Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T3.2. Zum Vergleich wurden Kriechversuche bei der niedrigeren Spannung an Proben der Sorten T2.1 und T2.2 mit aufgenommen.

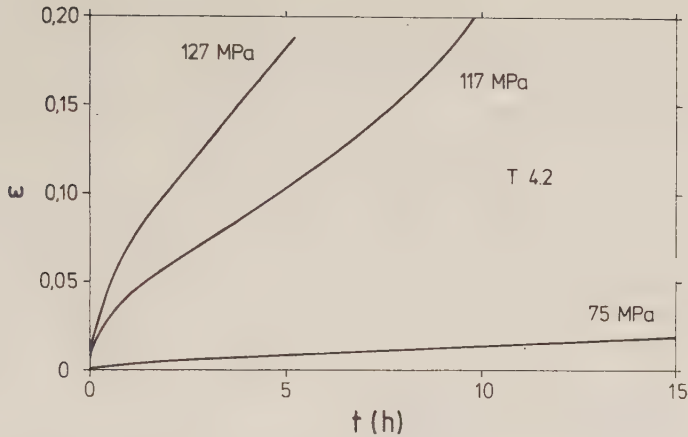


Abb. 4.7 - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T4.2

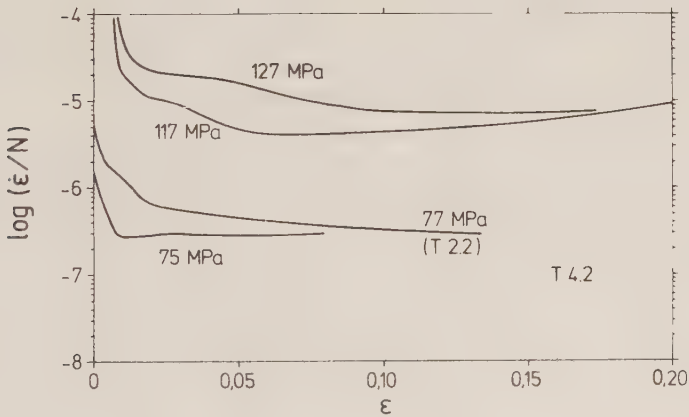


Abb. 4.8 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Spannungen bei 800°C. Proben der Sorte T4.2. Zum Vergleich wurde ein Kriechversuch bei der niedrigeren Spannung an einer Probe der Sorte T2.2 mit aufgenommen.

annähernd konstante Wert von $\dot{\epsilon}$ bei $\epsilon \approx 0,1$. Versucht man den Daten eine Gerade anzupassen, erhält man durch lineare Regression eine Steigung von 6,4 für die Werte von $\dot{\epsilon}_{\min}$ und von 4,3 für die Werte von $\dot{\epsilon}$ bei $\epsilon \approx 0,1$. Bei den Proben der Sorte T2.2 (Abb. 4.9 b) bleibt das ausgeprägte Minimum für kleine Dehnungen aus. Der minimale Wert von $\dot{\epsilon}$ aus jeder Kurve wurde für die Auftragung eingesetzt. Eine durch die Punkte durchgezogene Linie hat eine eindeutig negative Krümmung. Die Steigung dieser Kurve beträgt ca. 6,7 im Bereich der niedrigsten und ca. 5,5 im Bereich der höheren Spannungen. Für eine Kritik dieses Punktes verweisen wir auf die Abschnitte 5.2.1.1. und 5.2.2.

4.1.1.3 Spannungswechselversuche

Aufschlußreicher für das Verständnis der Verformungsmechanismen sind Versuche, bei denen die angelegte Spannung auf einen neuen, höheren oder niedrigeren Wert eingestellt wird, wobei die Zeitdauer der Spannungsänderungen gegenüber den jeweiligen Belastungszeiten vernachlässigt werden kann. Ist dies gewährleistet, wird die Form der Verformungskurven durch die Anpassung der Versetzungsstruktur (ggf. auch des Phasengefüges) auf die neuen Bedingungen bestimmt.

Es soll hier nicht der Eindruck erweckt werden, die Auswertung dieser Versuche sei problemlos. Es ist nicht auszuschließen, daß verschiedene Vorgänge parallel ablaufen. Das Analyseverfahren muß deswegen dem untersuchten Werkstoff angepaßt sein. Denn auch im Falle eines einfachen Werkstoffes wie reines Aluminium findet man erst in der neueren Literatur eine geschlossene Beschreibung der Übergangsbereiche nach Spannungswechseln /49/ und der dabei ablaufenden mikrostrukturellen Änderungen /61,62/. Soliman et al. /62/ erhalten aus Spannungswechselversuchen den gleichen Exponenten wie bei doppellogarithmischer Auftragung der stationären Kriechgeschwindigkeit gegen die angelegte Spannung. Ähnliche Untersuchungen an Al - 5 Gew.% Zn führen zum gleichen Ergebnis /63/, wodurch die Ergebnisse von Langdon et al. /64/ zumindest teilweise widerlegt werden. Im Falle einer technischen Legie-

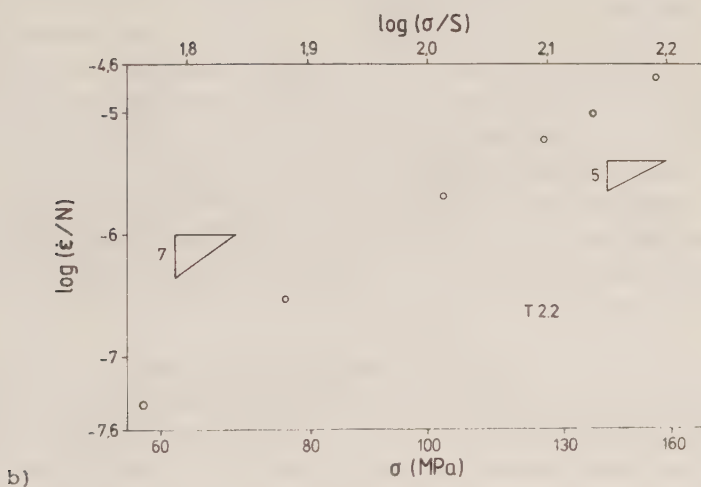
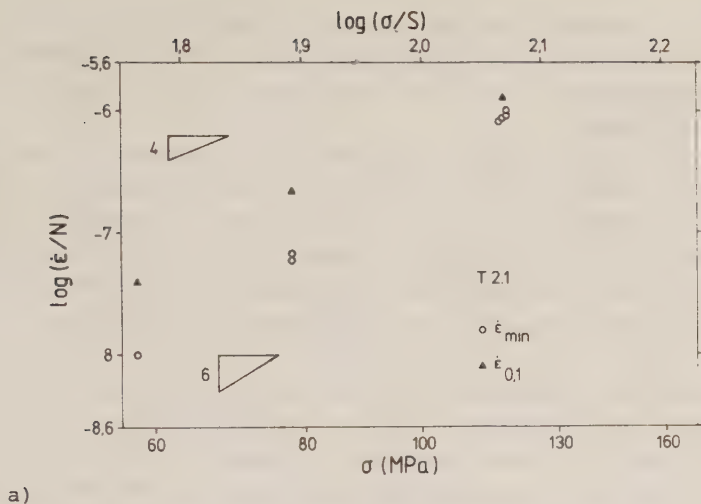


Abb. 4.9 - Doppellogarithmische Auftragung der minimalen Dehngeschwindigkeit über der angelegten Spannung für Versuchsserien an Proben der Sorte T2.1 (a) und T2.2 (b). In der Abb. 4.9 a wurden auch die Werte von bei $\dot{\epsilon} \approx 0,1$ aufgetragen. $N = 1 \text{ s}^{-1}$ und $S = 1 \text{ MPa}$.

rung aber bringen mögliche parallel laufende Gefügeänderungen zusätzliche Schwierigkeiten /54/, so daß die Versuchszeit und der Verformungsgrad bei dem Spannungswechsel die Änderung von $\dot{\epsilon}$ beeinflussen.

In der Abbildung 4.10 werden zwei Spannungswechselversuche an Proben der Sorte T2.1 in der Auftragung $\epsilon \times t$ dargestellt. Dieselben Ergebnisse werden in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ (Abb. 4.11) wiedergegeben, wobei zum Vergleich die Kurven von zwei Versuchen ohne Spannungswechsel mit aufgenommen wurden. In dieser Abbildung heben wir zwei Punkte hervor:

- a) nach einer Spannungserhöhung nimmt die Kriechgeschwindigkeit zu, erreicht ein relatives Maximum und nimmt dann wieder ab. Nach einem Verformungsintervall von $\approx 0,01$ bleibt sie mehr oder weniger konstant. Der Übergangsbereich nach einer Spannungserniedrigung hat den umgekehrten Verlauf (s. Abb. 4.13 b);
- b) die Kriechgeschwindigkeit nach einer Spannungserhöhung (-erniedrigung) hat einen höheren (niedrigeren) Wert als bei einem Versuch bei gleicher Spannung und bis zum gleichen Verformungsgrad, jedoch ohne Spannungswechsel. Anhand der Abbildungen 4.10 und 4.1 b kann man sich vergegenwärtigen, daß die abgelaufene Zeit bis zur Spannungserhöhung von 78 auf 118 MPa 80 h beträgt, während die für die gleiche Verformung benötigte Zeit bei 118 MPa 8,5 h beträgt.

Drei Spannungswechselversuche mit Proben der Sorte T2.2 werden in den Abbildungen 4.12 a und 4.13 a ($\epsilon \times t$), 4.12 b und 4.13 b ($\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$) dargestellt. Es gelten hier die gleichen Bemerkungen wie oben, wobei die Übergangsbereiche nach Spannungserniedrigungen hier deutlich zu sehen sind.

Aus diesen Ergebnissen folgt, daß zeitabhängige Vorgänge die Verformungsvorgängen überlagern.

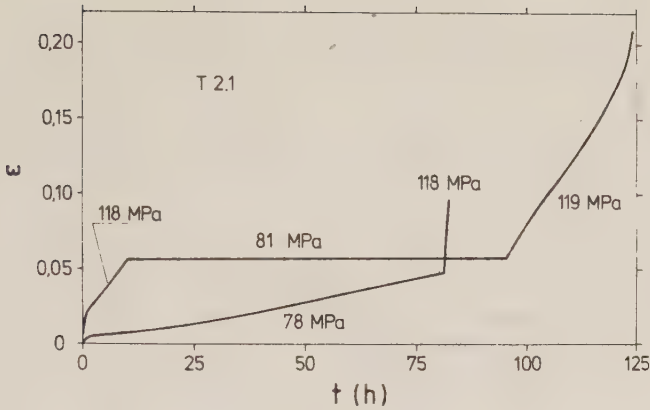


Abb. 4.10 - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für zwei Versuche mit Spannungswechseln bei 800°C. Proben der Sorte T2.1.

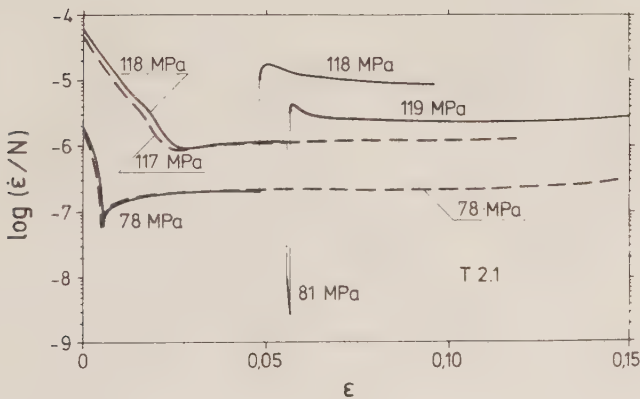
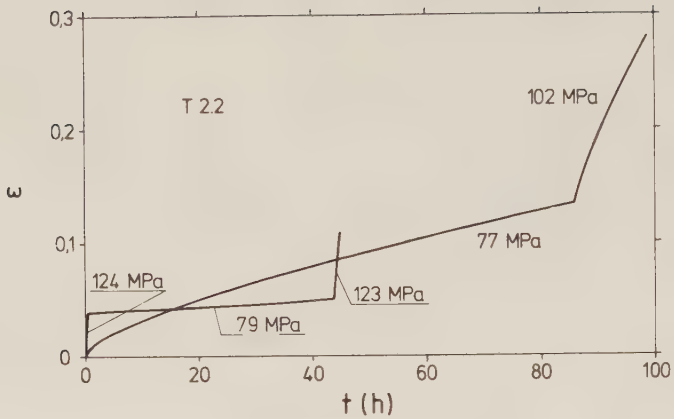
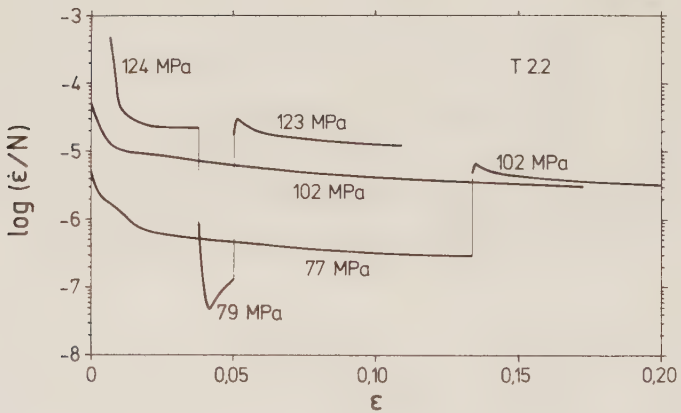


Abb. 4.11 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für zwei Versuche mit Spannungswechseln bei 800°C. Proben der Sorte T2.1. Zum Vergleich wurden zwei Kriechversuche ohne Spannungswechsel mit aufgenommen.



a)



b)

Abb. 4.12 - Kriechversuche mit Spannungswechseln bei 800°C an Proben der Sorte T2.2:

a: Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit.

b: Halblogarithmische Auftragung der Dehngeschwindigkeit über der Dehnung. Zum Vergleich wurde ein Versuch ohne Spannungswechsel aufgenommen.

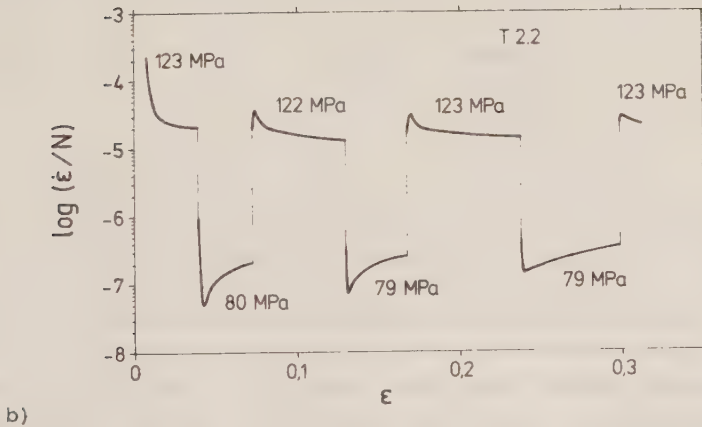
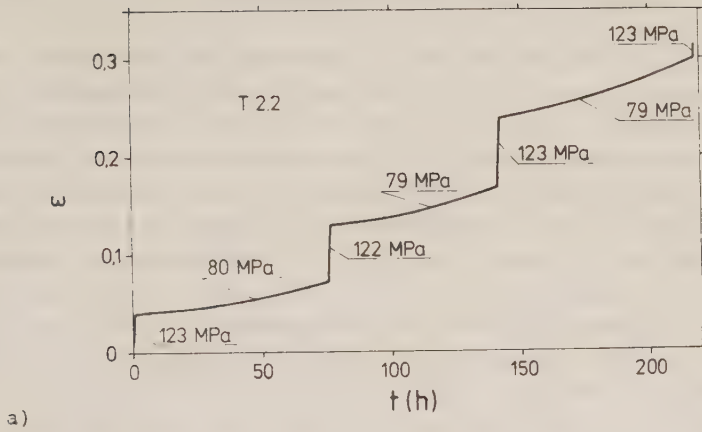


Abb. 4.13 - Kriechversuch mit Spannungswechseln bei 800°C an einer Probe der Sorte T2.2:

a: Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit.

b: Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung.

4.1.1.4 Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der weitreichenden inneren Rückspannungen

Die in diesem Abschnitt dargestellten Ergebnisse wurden in zwei zu dieser Arbeit begleitenden Studienarbeiten ermittelt /65,66/.

Böhm /65/ hat aus Spannungswechselversuchen an Proben der Sorte T4.2 den Elastizitätsmodul, E , und den Betrag der weitreichenden inneren Rückspannungen, σ_i , gemessen. Seine Ergebnisse sind in der Tabelle 4.1 zusammengefaßt. Im Versuch A erreichte die Probe bei einer Spannung von 117 MPa einen Verformungsgrad von 0,127 in 9,1 h, bevor die Reihe von Entlastungsvorgängen durchgeführt wurde. Im Versuch B wurde die Probe bei einer Spannung von 75 MPa während 73,3 h bis zu einem Verformungsgrad von 0,079 verformt; die Spannung wurde dann auf 115 MPa erhöht und die Probe wurde bei dieser Spannung 36 min lang bis zu einem Verformungsgrad von 0,109 verformt, bevor der erste Spannungswechsel durchgeführt wurde.

Versuch	A	B
σ (MPa)	117	115
σ_i / σ	0,83	0,77
E (GPa)	133	155

Tab. 4.1 - σ_i und E gemessen an Proben T4.2 bei 800°C /65/.

Weckert /66/ hat die Versuchsdurchführung und die Auswertungsmethode weiter entwickelt und an Proben der Sorte T2.2 angewandt. Seine Ergebnisse sind in den Tabellen 4.2 a und b zusammengefaßt, wobei der Einfluß der Probenausläufe auf den gemessenen Wert des Elastizitätsmoduls berücksichtigt wurde. Im Versuch C wurde die Probe zunächst bei 112 MPa 2 h lang bis zu einer Dehnung von 0,065 verformt: Ab diesem Punkt wurden Spannungswechselversuche durchgeführt. Die Probe wurde dann unter einer niedrigen Last (6 MPa) ca. 60 h bei 800°C in situ geglüht, und anschließend wurden von dieser Spannung aus Wech-

selversuche durchgeführt, anhand derer der Elastizitätsmodul bestimmt wurde. Im Versuch D erreichte die Probe bei 109 MPa in 7,9 h einen Verformungsgrad von 0,117. Für die Bestimmung von σ_i wurden von diesem Punkt ab Entlastungen durchgeführt. Nach dem Abschluß dieser Reihe von Messungen wurde die Probe bei voller Spannung und mit nahezu konstanter Kriechgeschwindigkeit eine Zeit lang verformt. Die Spannung wurde dann auf 55 MPa reduziert, und von dieser Spannung aus wurden Spannungsreduktionsversuche zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls durchgeführt. Nach weiterer Verformung bei voller Spannung mit konstanter Dehngeschwindigkeit wurde die Spannung auf 6 MPa erniedrigt. Von diesem Ausgangswert aus wurde der Elastizitätsmodul bestimmt. Die gesamte Vorwärtsverformung der Probe während aller Messungen betrug 0,032. In beiden Versuchen wurde eine Vorwärtsverformung während jeder einzelnen Entlastung in der Größenordnung von 2×10^{-6} gemessen. Dieser Beitrag kann hier vernachlässigt werden /50/.

σ (MPa)	112	6	σ (MPa)	109	55	6
σ_i / σ	0,81		σ_i / σ	0,78		
E (GPa)	130 ± 2	131 ± 1	E (GPa)	130 ± 2	120 ± 2	118 ± 1

a: Versuch C

b: Versuch D

Tab. 4.2 - Weitreichende innere Rückspannung und Elastizitätsmodul gemessen an Proben der Sorte T2.2 bei 900°C /66/. Der Einfluß der Probenausläufe auf den Wert des Elastizitätsmoduls wurde berücksichtigt.

Die Abbildungen 4.14 a und b zeigen jeweils den dynamischen (oder adiabatischen) Elastizitätsmodul und den dynamischen Schubmodul der Legierung 800 H in Abhängigkeit von der Prüftemperatur. Jeder Punkt gibt den Mittelwert aus Messungen an zwei stabförmigen Proben der Sorte T2.2 wieder; diese Messungen wiederum ergeben sich aus der Analyse von transversalen Schwingungen, deren Schwingungsrichtung jeweils parallel zur Hoch- und zur Breitkante des Stabes sind. Bei 800°C beträgt

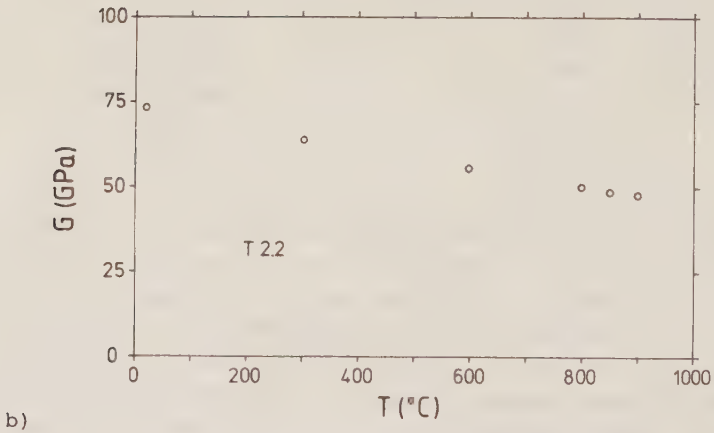
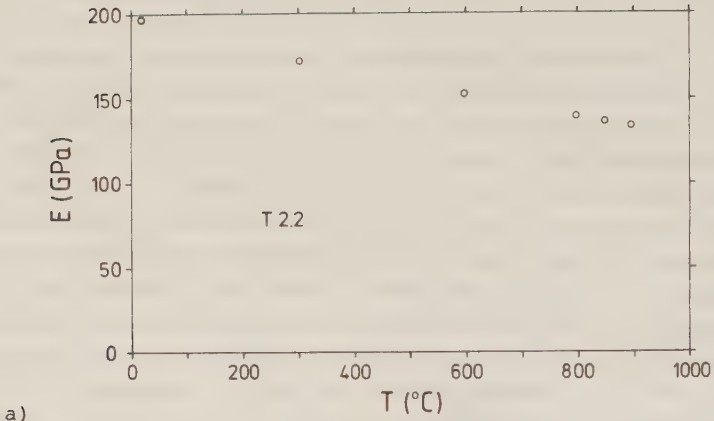


Abb. 4.14 - Dynamischer Elastizitätsmodul (a) und dynamischer Schubmodul (b) der Legierung 800 H in Abhängigkeit der Prüftemperatur.

der dynamische Elastizitätsmodul 139 GPa und der dynamische Schubmodul 50 GPa.

4.1.2 ZYKLISCHES KRIECHEN

4.1.2.1 Kriechverhalten unter zyklischer Belastung

In diesem Abschnitt wird das Kriechverhalten der Legierung 800 H bei 800°C unter zyklischer Belastung beschrieben. Die Versuchsdurchführung und -auswertung wurde im Abschnitt 3.2.3 ausführlich beschrieben. Die Abbildungen 4.15 und 4.16 geben jeweils den zeitlichen Verlauf der (Netto-) Verformung für Proben der Sorte T2.1 und T2.2 wieder, wobei in jeder ein Kriechversuch unter monotoner Belastung bei ähnlicher Spannung zum Vergleich mit aufgenommen wurde. Aus beiden Abbildungen geht hervor, daß die Bruchzeit von Proben unter zyklischer Belastung mit kurzen Perioden (hier 10 s) deutlich größer ist als die von Proben unter monotoner Belastung, und zwar auch, wenn ausschließlich die Belastungsphasen (on-load time) berücksichtigt werden. Im Falle größerer Perioden (hier 250 s) erhöht sich die Bruchzeit unter zyklischer Belastung um einen Faktor von annähernd 2 (s. Abb. 4.16), d.h. es gibt keine deutliche Erhöhung der Bruchzeit, wenn nur die Belastungsphasen mitgezählt werden. Auf der anderen Seite zeigt der Vergleich mit der Bruchdehnung von unter monotoner Belastung verformten Proben, daß der Wert der Bruchdehnung für zyklische Belastungsart mit kleiner Periode (z.B. 10 s) vermindert wird, während Belastungszyklen mit großer Periode (z.B. 250 s) keine deutliche Verminderung hervorrufen. Diese Ergebnisse wurden in einer Wiederholung der Versuche unter ähnlichen Bedingungen bestätigt. Die Abbildungen 4.17 und 4.18 zeigen die gleichen Kriechkurven in der Darstellung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$. Aus beiden geht der Einfluß der Zyklusperiode auf die zyklische Kriechgeschwindigkeit hervor: Je kürzer die Periode, desto niedriger die zyklische Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\epsilon}_z$, für vergleichbare Spannungen. Diese Verminderung der Kriechgeschwindigkeit durch zyklische Belastung wird in der Literatur als zyklische

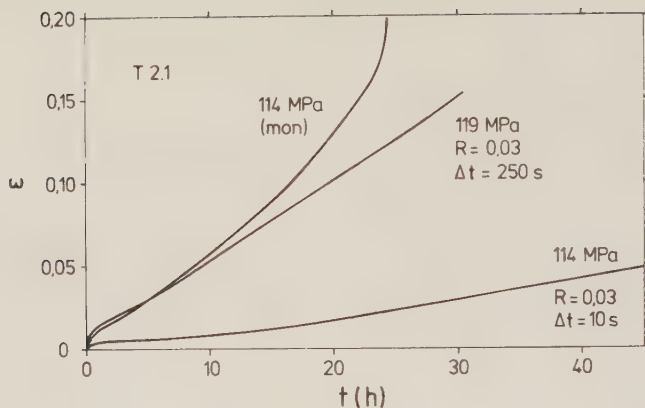


Abb. 4.15 - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für Versuche unter monotoner oder zyklischer Belastung bei 800°C. Proben der Sorte T2.1.

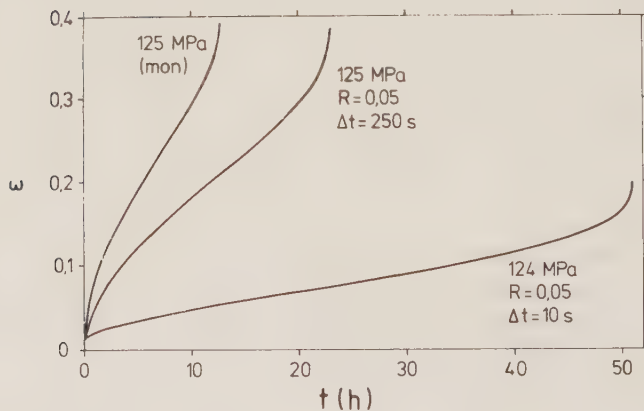


Abb. 4.16 - Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit für Versuche unter monotoner oder zyklischer Belastung bei 800°C. Proben der Sorte T2.2.

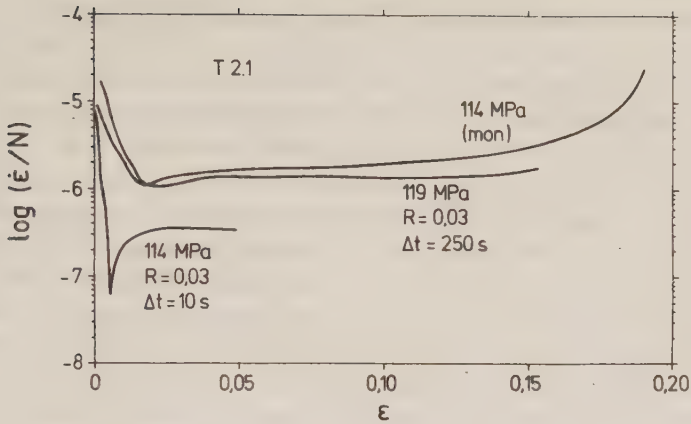


Abb. 4.17 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für Versuche unter monotoner oder zyklischer Belastung bei 800°C . Proben der Sorte T 2.1.

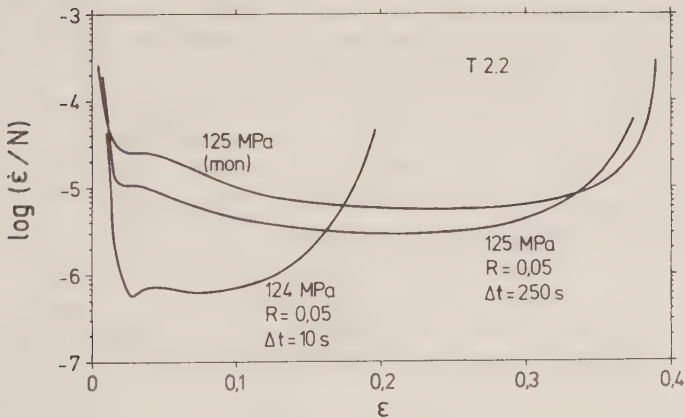


Abb. 4.18 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für Versuche unter monotoner oder zyklischer Belastung bei 800°C . Proben der Sorte T 2.2

Kriechverlangsamung (cyclic creep deceleration, CCD) /11/ bezeichnet. Die Versuche an Proben der Sorte T2.1 (Abb. 4.17) haben in ihrem Verlauf eine formale Ähnlichkeit mit denen, die unter monotoner Belastung (Abb. 4.2) durchgeführt wurden: Die Kurven haben ein Minimum, das bei Versuchen mit geringer Kriechgeschwindigkeit ausgeprägter erscheint. Dieser niedrige Wert der Dehngeschwindigkeit kommt in einem Falle durch eine niedrige Spannung (Abb. 4.2), im anderen durch eine kurze Zyklusperiode (Abb. 4.17) zustande. In beiden Fällen aber ist der Verlauf qualitativ gesehen identisch. Die gleiche formale Ähnlichkeit in ihrem Verlauf weisen die Versuche mit zyklischer Belastung an Proben der Sorte T2.2 (Abb. 4.18) mit denen unter monotoner Belastung (Abb. 4.4) auf.

Die Abbildung 4.19 zeigt einen Abschnitt aus einer originalen Schreiberkurve, auf dem die einzelnen Zyklen aufgelöst zu sehen sind. Während und nach der Entlastung zieht sich die Probe elastisch und anelastisch zusammen. Nach einer vollen Entlastung (z.B. von 110 MPa auf 6 MPa) während eines normalen Kriechversuches verlaufen ca. 15 min bevor diese Rückwärtsverformung (innerhalb der gegebenen Meßgenauigkeit) abklingt /66/. Nach Wiederbelastung hat die Vorwärtsverformung einen reversiblen und einen irreversiblen Anteil (Abschn. 3.2.3).

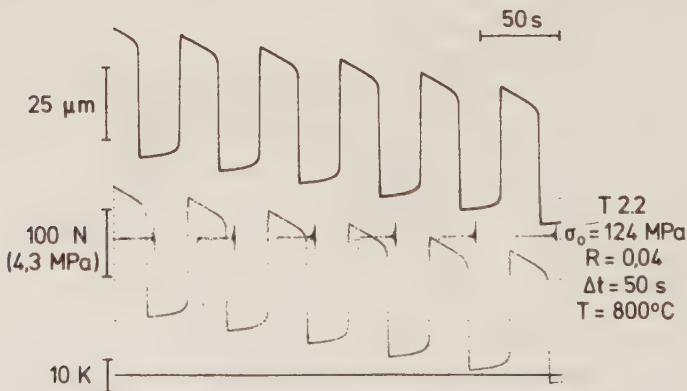


Abb. 4.19 - Ausschnitt aus der originalen Schreiberkurve eines Versuches unter zyklischer Belastung.

4.1.2.2 Kriechversuche mit Wechsel der Belastungsart

Da die Kriechgeschwindigkeit unter zyklischer Belastung mit Änderung eines Parameters (wie z.B. der Zyklusperiode, s. Abb. 4.17 und 4.18) u.U. weit auseinanderliegende Werte annehmen kann, ist ein Vergleich der Verformungsmechanismen für einen gegebenen Dehnungswert nicht zuverlässig: Die in jedem Versuch bis zum Vergleichspunkt abgelaufenen Zeiten würden sehr unterschiedlich sein, die jeweiligen Gefüge daher nicht unbedingt vergleichbar. In Anlehnung an die Spannungswechselversuche wurden Versuche durchgeführt, bei denen die Belastungsart (mehrfach) gewechselt wurde. Die Abbildungen 4.20 a und b zeigen Ausschnitte aus originalen Schreiberkurven, die solche Moduswechsel illustrieren. Die Abbildung 4.20 a zeigt einen Wechsel von monotonem auf zyklischen Belastungsmodus: Zu einem gewissen Zeitpunkt wird der elektrische Hubtisch eingeschaltet, ab dann wird die Probe periodisch entlastet. Bis zum Wechsel hat der Parameter R in einer naturgemäßen Erweiterung der Definition (Gl. 3.2) den Wert 1. Nach dem Wechsel nimmt R den vor dem Versuchsbeginn eingestellten Wert an. Die nicht-elastische Rückverformung, $\Delta \epsilon_u$, nimmt in den ersten fünf bis zehn Zyklen ab und bleibt dann annähernd konstant. Die nicht-elastische Vorwärtsverformung, $\Delta \epsilon_o$, nimmt in den ersten Zyklen auch ab, steigt aber dann mit weiterer Verformung. Für diese Messungen wurden die einzelnen Zyklen vom Moduswechsel ab mit einer Meßgenauigkeit der Probenlänge, die die der Abbildungen 4.20 um einen Faktor 5 übersteigt, aufgenommen. Der Verlauf der momentanen Dehngeschwindigkeit nach einer Wiederbelastung hängt von der Zyklusperiode ab: Wenn die Periode 10 s beträgt, bleibt die Dehngeschwindigkeit während der Belastungsphase höher als der monotone Wert unmittelbar vor dem Wechsel, $\dot{\epsilon}_m$; für $\Delta t = 50$ s klingt die Dehngeschwindigkeit innerhalb der Belastungsphase bis zu einem Wert kleiner als $\dot{\epsilon}_m$ ab; für große Perioden schließlich, z.B. 250 s, ist die Dehngeschwindigkeit am Anfang höher als $\dot{\epsilon}_m$, klingt ab bis zu einem Wert ca. 5 % kleiner als $\dot{\epsilon}_m$ und steigt dann bis zum monotonen Wert wieder. Die Abbildung 4.20 b zeigt einen Wechsel von zyklischem auf

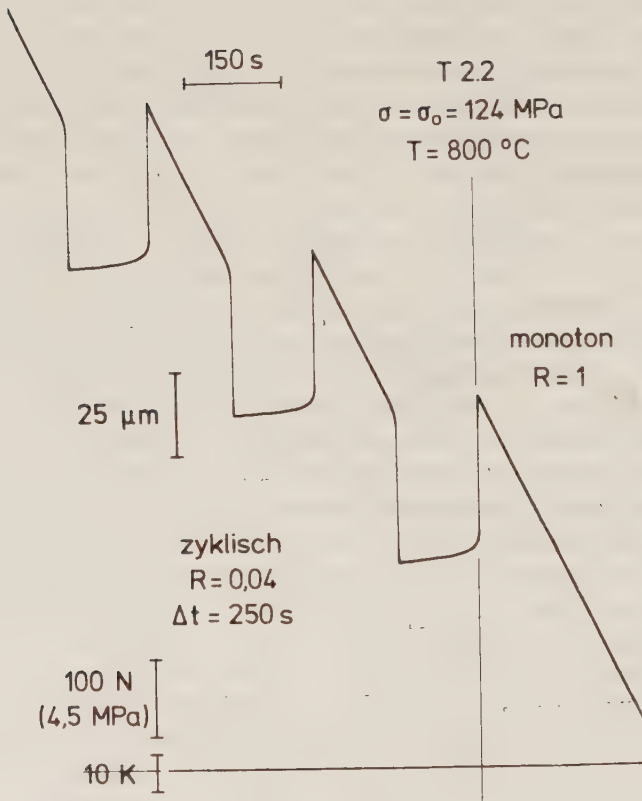


Abb. 4.20 a - Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einem Wechsel von monotonem auf zyklischen Belastungsmodus.

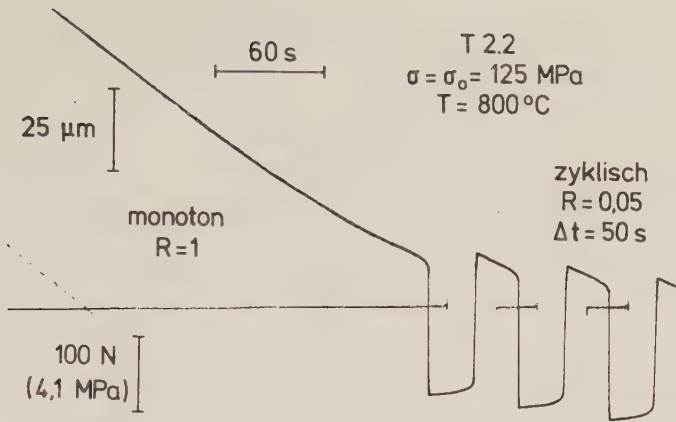
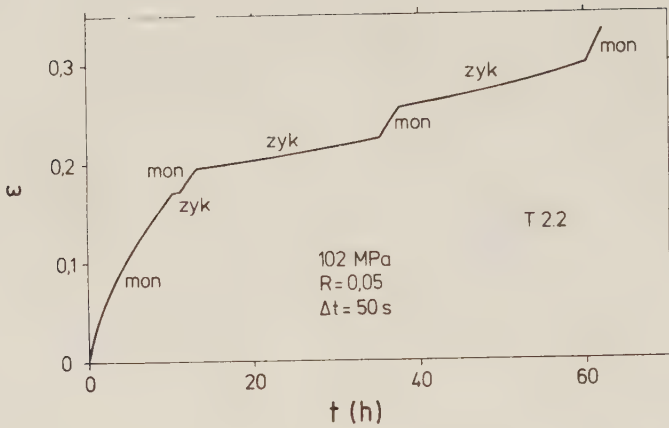


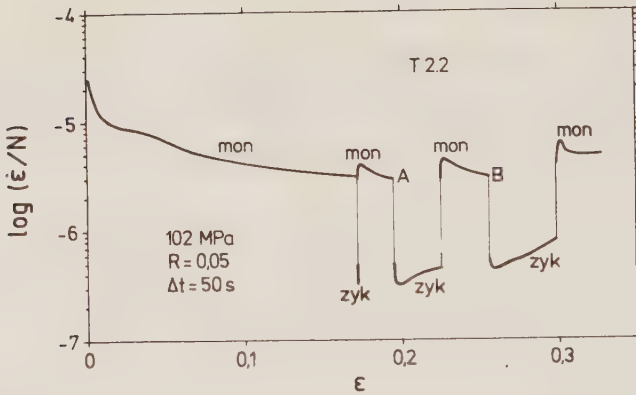
Abb. 4.20 b - Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einem Wechsel von zyklischem auf monotonen Belastungsmodus.

monotonen Belastungsmodus: Der Hubtisch wird innerhalb einer Entlastungsphase abgeschaltet, die Probe wird weiter unter voller Spannung verformt. Die Zunahme der monotonen Kriechgeschwindigkeit nach dem Moduswechsel ist in dieser Kurve deutlich zu sehen.

Die Abbildungen 4.21 und 4.22 geben gesamte Kriechkurven von Versuchen mit Moduswechseln an Proben der Sorte T2.2 wieder. Die Abbildungen 4.21 a und 4.22 a zeigen diese Versuche in der Auftragung ϵ x t : In beiden Fällen wurden die Proben bis zu einem gewissen Verformungsgrad unter der angegebenen Spannung monoton verformt, ab dann wurde der Belastungsmodus zwischen monoton und zyklisch mehrfach gewechselt. In den Abbildungen 4.21 b und 4.22 b werden dieselben Ergebnisse in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N)$ x ϵ dargestellt. Hier werden Übergangsbereiche nach den Moduswechseln deutlich, die in ihrem Verlauf sehr ähnlich mit denen nach einfachen Spannungswechseln im Laufe monotoner Kriechversuche (Abb. 4.11, 4.12 b und 4.13 b) sind: Nach einem Wechsel von monotonem auf zyklischen Bela-



a)

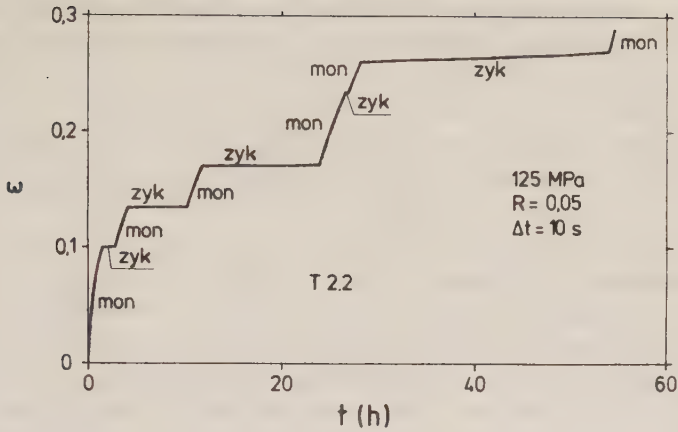


b)

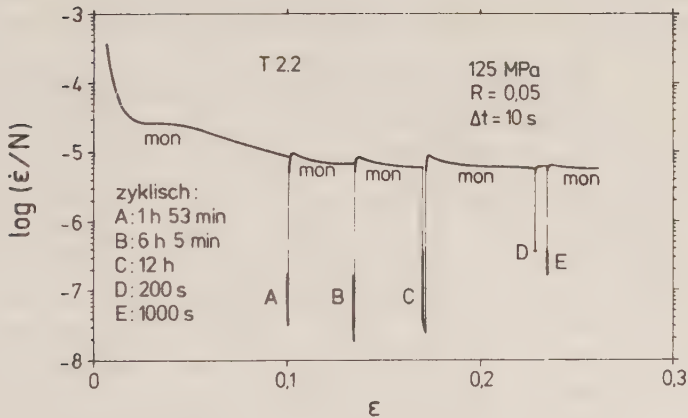
Abb. 4.21 - Kriechversuch mit Moduswechseln bei 800°C an einer Probe der Sorte T 2.2:

a: Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit.

b: Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung. A und B beziehen sich auf Erklärungen im Text.



a)



b)

Abb. 4.22 - Kriechversuch mit Moduswechseln bei 800°C an einer Probe der Sorte T2.2:

- a: Auftragung der Kriechdehnung über der Zeit.
 b: Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung.

stungsmodus nimmt die zyklische Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\epsilon}_z$, in einem kurzen Verformungsintervall ab, das nur einigen wenigen Zyklen entspricht. Danach steigt $\dot{\epsilon}_z$ langsam mit weiterer Verformung an. Man vergleiche hiermit die oben beschriebenen Änderungen von $\Delta\epsilon_0$ und $\Delta\epsilon_u$. Nach einem Wechsel von zyklischer auf monotone Belastungsart nimmt die monotone Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\epsilon}_m$, zunächst zu und dann wieder ab. Wenn die unter zyklischer Belastung abgelaufene Zeit im Vergleich mit der gesamten Versuchszeit klein ist, erreicht die Kurve die Fortsetzung der monotonen Kurve (Abb. 4.21 b, A); wenn nicht, kann sie nach Ablauf des Übergangs in einem höheren Niveau (Abb. 4.21 b, B) bleiben. Aus der Abbildung 4.22 b geht hervor, daß die Form des Übergangs nach einem Wechsel zyklisch-monoton von der Dauer des Intervalls unter zyklischer Belastung abhängt. Dies wird in der Abbildung 4.23 hervorgehoben, in der die Übergangsbereiche zusammengestellt und vergrößert dargestellt werden. Auf der Ordinatenachse wird die monotone Kriechgeschwindigkeit in jedem Übergangsbereich, $\dot{\epsilon}_2$, aufgetragen. In jedem Abschnitt wird dieser Wert mit dem Wert $\dot{\epsilon}_1$

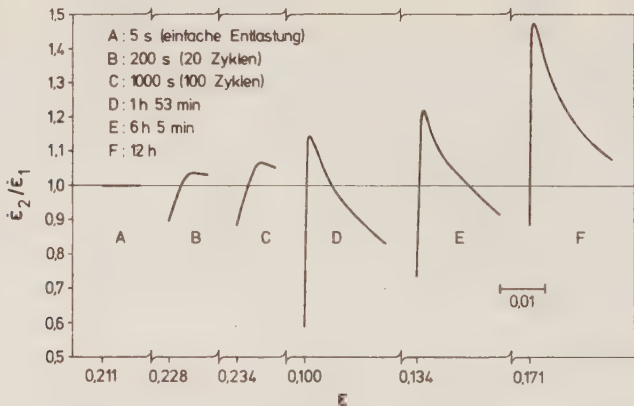


Abb. 4.23 - Darstellung der Übergänge in $\dot{\epsilon}_m$ nach den Wechseln von zyklischer auf monotone Belastung im auf Abb. 4.22 dargestellten Versuch. $\dot{\epsilon}_1$ und $\dot{\epsilon}_2$ werden im Text erläutert.

der monotonen Kriechgeschwindigkeit unmittelbar vor dem jeweiligen Intervall unter zyklischer Belastung normiert, damit die verschiedenen Übergänge untereinander verglichen werden können.

4.1.2.3 Einfluß der Dauer der Be- und Entlastungsphasen auf das zyklische Kriechverhalten

Die Abbildungen 4.24 und 4.25 zeigen jeweils Versuche an Proben der Sorten T2.1 und T2.2, bei denen der Einfluß der Zyklusperiode (mit $t_o = t_u$) auf das zyklische Kriechverhalten untersucht wurde. In der Grundtendenz wird das Ergebnis des Absatzes 4.1.2.1 bestätigt: Je kleiner die Zyklusperiode ist, desto größer die Abnahme der zyklischen Kriechgeschwindigkeit im Vergleich zur monotonen Kriechgeschwindigkeit. Aber das Verhältnis $\dot{\epsilon}_z/\dot{\epsilon}_m$ ist im Falle eines Moduswechsels deutlich kleiner als bei dem Vergleich von verschiedenen Versuchen für eine gegebene Dehnung (Abb. 4.17 und 4.18). Weiter ist anzumerken, daß die Übergänge in der Kriechgeschwindigkeit nach Wechseln monoton-zyklisch und zyklisch-monoton für kleinere Perioden ausgeprägter ausfallen.

In den Abbildungen 4.26 und 4.27 werden zwei Versuche an Proben der Sorte T2.2 dargestellt, bei denen der Einfluß von unterschiedlichen Be- und Entlastungszeiten auf das Verformungsverhalten untersucht wurde. Als Beispiel wird in der Abbildung 4.28 ein Ausschnitt einer originalen Schreiberkurve wiedergegeben, in dem der Belastungsmodus von monotonem auf zyklischen mit $t_o = 5$ s und $t_u = 125$ s gewechselt wird. $\Delta\epsilon_u$ nimmt deutlich ab, und die Probenlänge am Ende eines Zyklus nimmt bis zum dritten Zyklus ab. Von diesem Punkt an können keine weitere Änderungen in $\Delta\epsilon_o$ und $\Delta\epsilon_u$ festgestellt werden, aber die Probenlänge nimmt in einem Zeitintervall von 24 h um $15 \mu\text{m}$ zu, was einer Kriechgeschwindigkeit von $5 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ entspricht, die sich allerdings nah an der Auflösungsgrenze befindet. Alle andere Messungen wiesen ein ähnliches Verhalten auf. Der Übergang in der Kriechgeschwindigkeit nach einem Wechsel auf monotonen Belastungsmodus ist den Übergängen sehr

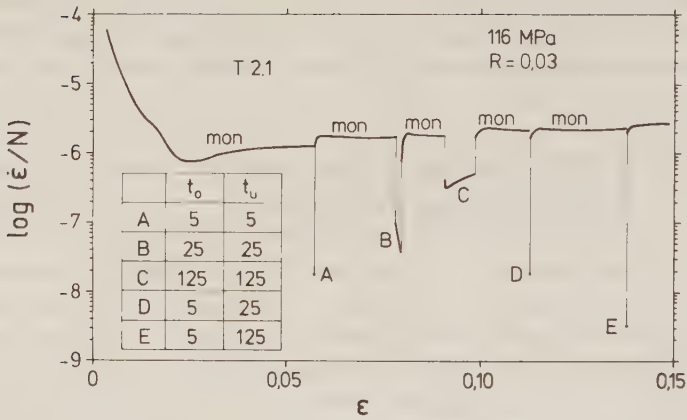


Abb. 4.24 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Belastungsmoden bei 800°C. Proben der Sorte T2.1.

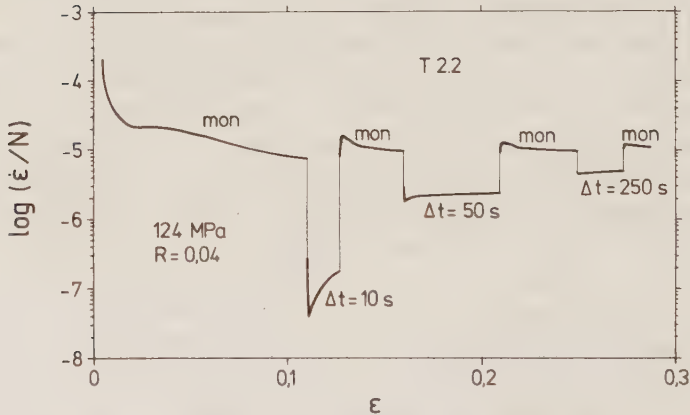


Abb. 4.25 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Belastungsmoden bei 800°C. Proben der Sorte T2.2.

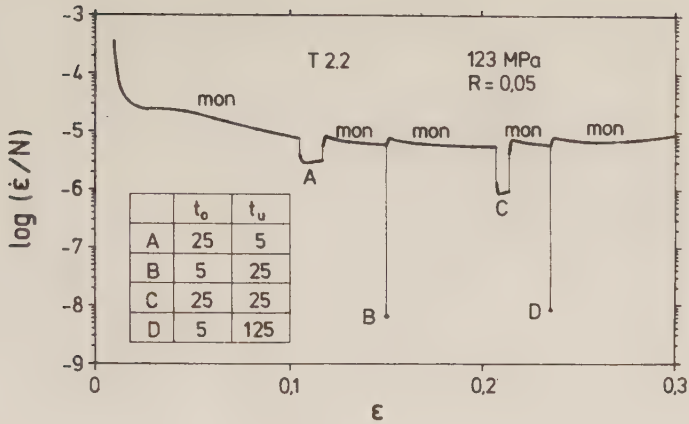


Abb. 4.26 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Belastungszyklen bei 800°C. Probe der Sorte T2.2.

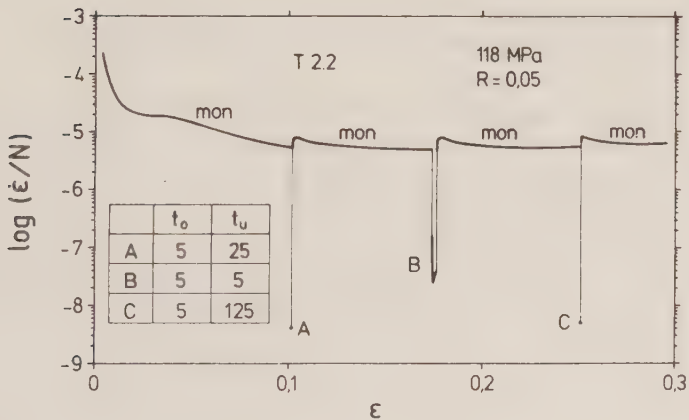


Abb. 4.27 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Belastungszyklen bei 800°C. Probe der Sorte T2.2.

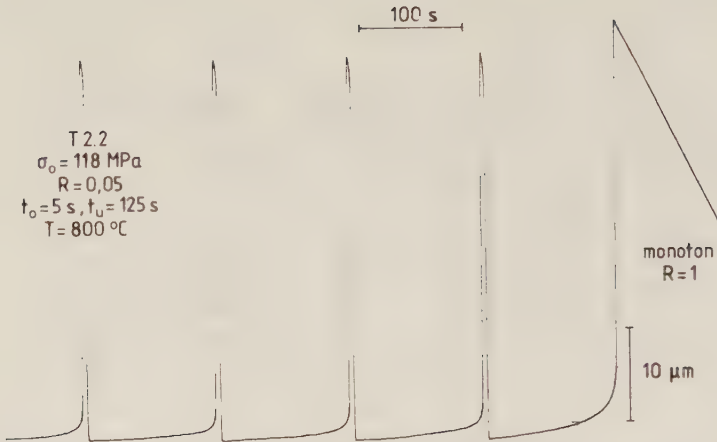


Abb. 4.28 - Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einem Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung.

ähnlich, die bereits für Spannungs- und Moduswechsel beschrieben wurden. Übergänge dieser Art wurden beobachtet:

- a) nach Spannungserhöhungen, wenn die Belastungsdauer bei der niedrigeren Spannung vergleichbar mit der gesamten Versuchszeit ist (Abb. 4.11, 4.12 b und 4.13 b);
- b) nach Moduswechseln von zyklischer auf monotone Belastung, wenn die Zyklusperiode klein ist (Größenordnung zwischen 1 s und 10^2 s), und die zyklische Belastungsdauer nicht klein gegenüber der gesamten Versuchszeit ist (Abb. 4.21, 4.22 und 4.23).

Ein Grenzfall für beide Fälle (a) und (b) ist der von einfachen, vollen Entlastungen, wobei die Dauer dieser einzigen Entlastung eine Größenordnung zwischen 1 s und 10^3 s hat, d.h. viel niedriger als die der gesamten Versuchszeit ist. Die Abbildung 4.29 zeigt einen Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einem dieser Entlastungsversuche: Die Span-

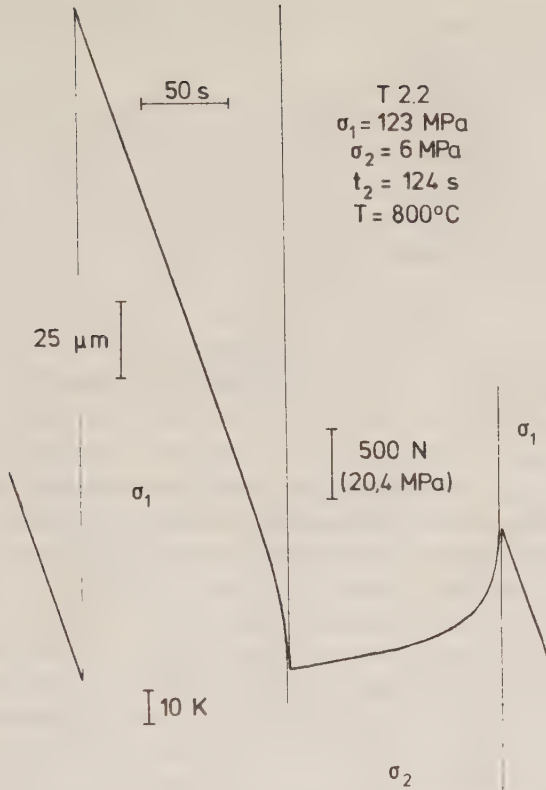


Abb. 4.29 - Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einer einfachen Entlastung von 123 MPa auf 6 MPa.

nung wird von 123 MPa auf 6 MPa für ein Zeitintervall von 124 s erniedrigt und dann wieder auf 123 MPa erhöht: Unmittelbar nach der Spannungserhöhung nimmt die Kriechgeschwindigkeit ab, was auf den Ablauf anelastischer Vorgänge zurückzuführen ist, und erreicht den gleichen Wert wie vor der einfachen Entlastung. Eine weitere Änderung in $\dot{\epsilon}$ wird nicht festgestellt innerhalb eines Zeitintervalls, das drei- bis viermal größer ist als dasjenige, welches für die Beobachtung der oben beschriebenen Übergänge nötig ist. Alle anderen Entlastungsversuche dieser Art haben das gleiche Ergebnis erbracht.

4.1.2.4 Einfluß des Entlastungsgrades auf das zyklische Kriechverhalten

In den Abbildungen 4.30 und 4.31 werden zwei Versuche dargestellt, bei denen der Einfluß des Entlastungsgrades (des Parameters R) auf das zyklische Kriechverhalten untersucht wurde. Aus diesen Abbildungen wird deutlich, daß das Verhältnis $\dot{\epsilon}_z / \dot{\epsilon}_m$ mit abnehmendem R abnimmt. Die Übergänge nach Moduswechseln für R-Werte kleiner als 0,4 verlaufen wie diejenigen, die oben beschrieben wurden. Für R = 0,74 wurden in beiden Versuchen nur leichte Übergänge beobachtet, und für größere Werte von R wurden keine Übergänge gemessen.

Die Abbildungen 4.32 a bis c zeigen Ausschnitte aus der originalen Schreiberkurve des in Abb. 4.31 dargestellten Versuches. Der erste Ausschnitt (a) zeigt den Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung mit R = 0,19. Der zweite (b) zeigt Zyklen, bei denen R 0,60 beträgt; sowohl die elastische als auch die anelastische Rückverformung sind kleiner als im vorherigen Falle. Für R = 0,74 gleichen sich die anelastische Rückverformung und die Vorwärtsverformung während der Entlastungsphasen in etwa aus, so daß keine ausgeprägte nicht-elastische Verformung während dieser Phasen gemessen wurde. Die Abbildung 4.32 c zeigt schließlich den Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung mit R = 0,91, welcher zu einer Abnahme der Kriechgeschwindigkeit um einen Faktor 1,6 führt. Anzumerken ist hier auch, daß die Probe sich während der Entlastungsphasen weiter ausdehnt, und daß die Kriechgeschwindigkeit am Ende der Belastungsphasen um einen Faktor 1,1 kleiner ist als die monotone Dehngeschwindigkeit vor dem Wechsel des Belastungsmodus.

Die in dieser Arbeit angewandte Versuchsanordnung hat für zyklische Belastung mit R-Werten größer als etwa 0,4 einen Nachteil: Da nur der untere Lastteller in seinen Schwingungen gedämpft werden kann, treten hauptsächlich bei Wiederbelastung Lastschwingungen auf, wenn das Trägheitsmoment des oberen Lasttellers groß ist. Der Versuch muß daher stets überwacht

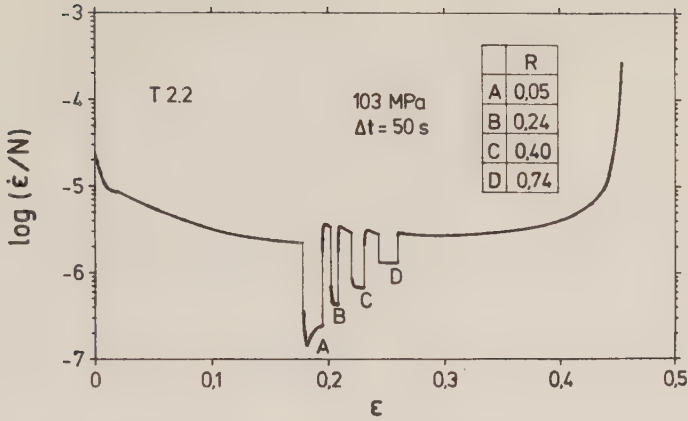


Abb. 4.30 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Entlastungsgrade bei 800°C. Probe der Sorte T2.2.

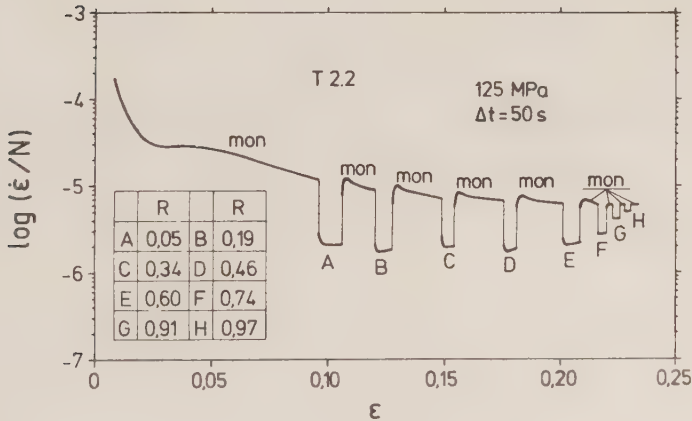


Abb. 4.31 - Halblogarithmische Auftragung der Kriechgeschwindigkeit über der Dehnung für verschiedene Entlastungsgrade bei 800°C. Probe der Sorte T2.2.

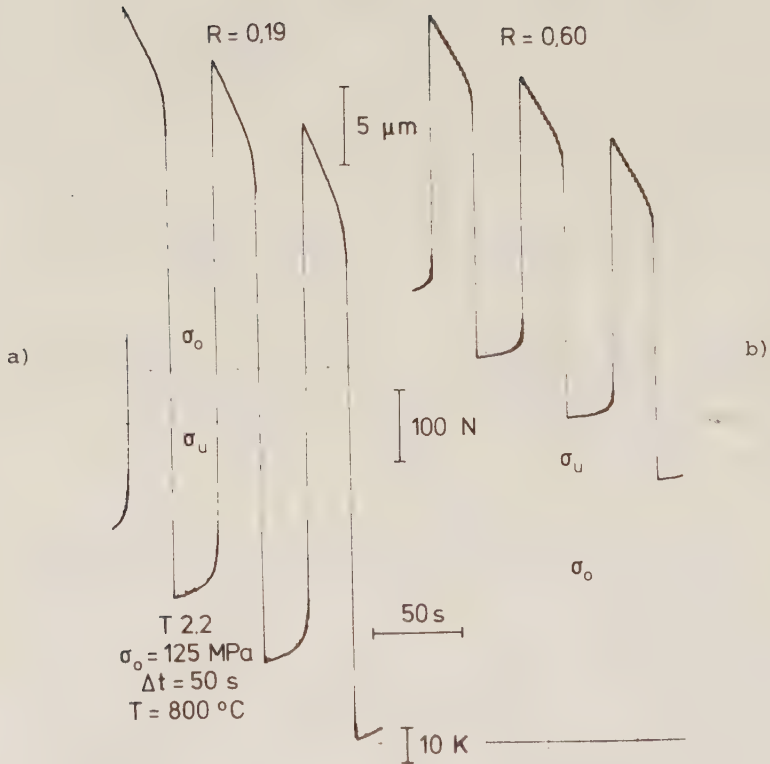


Abb. 4.32 - Ausschnitte aus originalen Schreiberkurven:

a: Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung
mit $R = 0,19$.

b: zyklische Belastung mit $R = 0,60$.

werden, und auch in diesem Falle gelingt es nicht, die Probenlängeänderung unmittelbar nach Be- bzw. Entlastung schwingungsfrei aufzunehmen.

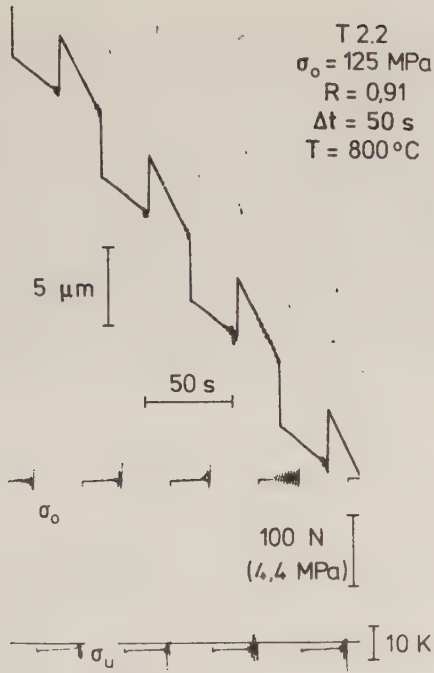


Abb. 4.32 c - Ausschnitt aus einer originalen Schreiberkurve mit einem Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung mit $R = 0,91$.

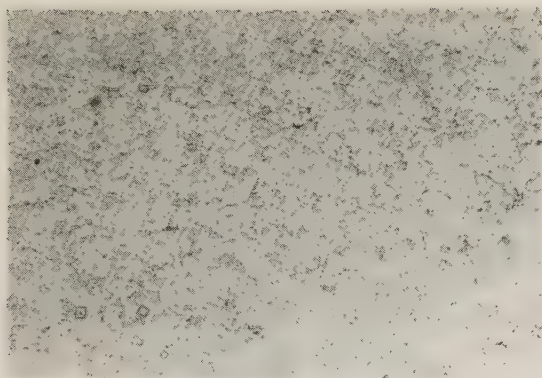
4.2 GEFÜGEUNTERSUCHUNGEN

4.2.1 ANLIEFERUNGSZUSTAND

Beide Chargen haben im Anlieferungszustand ein ziemlich feines Korngefüge (Abb. 4.33 a), dessen Mittelwert als $9\text{ }\mu\text{m}$ angegeben werden kann. Nach dem ternären Zustandsdiagramm Fe-Ni-Cr ist die Matrix der Legierung 800 völlig austenitisch /67/. Die Körner sind gleichachsig und zeigen eine große Anzahl von Rekristallisationszwillingen (Abb. 4.33 b). Diese Zwillinge entstehen während der Rekristallisation /68/ oder des Kornwachstums in rekristallisiertem Gefüge /69/ von kubisch flächenzentrierten Metallen, insbesondere Kupfer, Kupferlegierungen, Blei und austenitischen Stählen. Voraussetzung dafür ist in jedem Falle der bedeutende Unterschied zwischen der Grenzflächenenergie von kohärenten Zwillingsgrenzen und der von normalen Großwinkelkorngrenzen: In einem Stahl des Typs AISI 304 z.B. beträgt die Grenzflächenenergie für kohärenten Zwillingsgrenzen 19 mJm^{-2} , während der Wert für normale Korngrenzen 835 mJm^{-2} beträgt /70/.

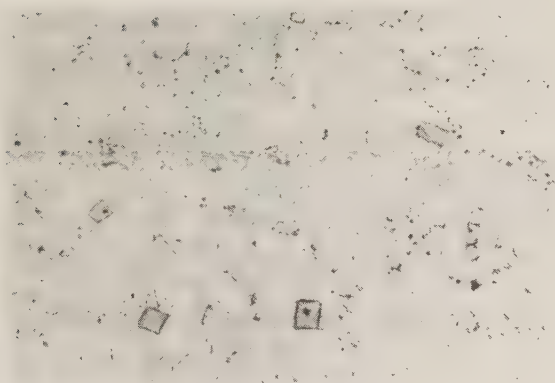
Außer der austenitischen Phase zeigen die Lichtmikroskop-aufnahmen (LM-Aufnahmen) folgende zwei Gruppen von Teilchen. Die großen, kantigen Partikeln sind in der Matrix aleatorisch verteilt, d.h. ihre Anordnung ist zufällig, und haben eine homogene orange Färbung. Einige dieser Teilchen zeigen einen rundlichen, dunklen Einschluß (Abb. 4.33 b). Die Durchstrahlungselektronenmikroskopie (TEM) bestätigt nicht nur den kubischen Habitus dieser Teilchen (Abb. 4.34), sondern sie erlaubt auch anhand der energiedispersiven Analyse der emittierten Röntgenstrahlung (EDS) die Bestimmung der anwesenden metallischen Elemente: Diese Teilchen weisen ausschließlich Titan auf. Elektronenbeugungsbilder zeigen, daß diese Teilchen ihrem Habitus entsprechend eine kubisch flächenzentrierte Struktur besitzen, für deren Gitterkonstante ein Wert von $(0,425 \pm 0,004)\text{ nm}$ ermittelt wurde. Titan weist eine große Affinität zu Kohlenstoff und Stickstoff auf /15/. TiC und TiN haben beide die kubisch flächenzentrierte Struktur des Typs

a)



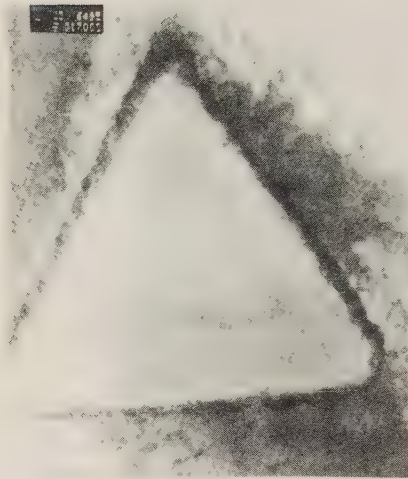
200 μm

b)



50 μm

Abb. 4.33 a und b - Charge 2 im Anlieferungszustand
(LM, H_3PO_4).



2 μm

Abb. 4.34 - Ti(C,N)-Partikel, Charge 2 (TEM).



750 nm

Abb. 4.35 - Ti(C,N)-Partikel, Charge 2 (TEM). Der dunkle Einschluß ist kalzium- und aluminiumreich.

NaCl mit Gitterparametern von jeweils 0,4328 nm und 0,4240 nm /71/. Daher wird häufig eine Mischphase Ti(C,N) beobachtet /15/, die eine orange Färbung zeigt, während das reine TiC eher rosa erscheint /54/. Anhand der oben genannten Befunde und in Anbetracht der Literaturdaten identifizieren wir in erster Näherung diese Teilchen als Titankarbonitride. Ihre Größe und Verteilung in der Matrix weisen darauf hin, daß diese Teilchen sich bereits während des Erstarrens der Schmelze ausgeschieden haben /17,72/. Diese Annahme wird durch elektronenmikroskopische Aufnahmen dieser Teilchen bekräftigt (Abb. 4.35): Die bereits erwähnten rundlichen Einschlüsse zeigen sich wenig durchstrahlbar; die energiedispersive Analyse dieser Einschlüsse wird zwar durch die übermäßige Ausbeute von Röntgenstrahlungsphotonen erschwert, vermag aber die Anwesenheit von Kalzium und Aluminium zu beweisen. Diese Einschlüsse sind möglicherweise oxidischer oder silikatischer Natur (aus der feuerfesten Bekleidung oder aus der Schlacke) und müssen die Keimbildung für diese Teilchen in der Schmelze erleichtert haben. Als eine weitere Phase erkennt man in der Abbildung 4.33 b kleinere Teilchen, deren Habitus nicht deutlich erscheint. Sie sind zwar in der Matrix aleatorisch verteilt, werden aber häufig an Korngrenzen beobachtet, so daß diese Teilchen auf das Kornwachstum hemmend gewirkt haben müssen. Die auf diese Weise entstandene feine Korngröße (typisch für den weichgeglühten Zustand) verleiht zwar dem Werkstoff gute mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur und niedrigen Temperaturen, ist aber für den Einsatz bei Temperaturen oberhalb 550°C (Langzeitbereich) unzulässig /52,67/. Diese Teilchen wurden als zum allgemeinen Typ $M_{23}C_6$ gehörig identifiziert /73/.

4.2.2 ZUSTAND NACH LÖSUNGSGLÜHUNG

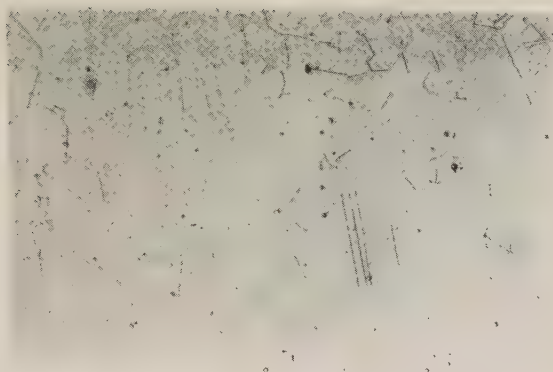
Wie bereits erwähnt, befanden sich die angelieferten Chargen im sogenannten weichgeglühten Zustand, der für den Einsatz bei höheren Temperaturen nicht zulässig ist /52,67/. Der lösungsgeglühte Zustand wird durch eine Wärmebehandlung

bei 1150°C erreicht, wobei in dieser Arbeit die behandelten Stücke eine Stunde lang bei der Temperatur gehalten wurden; die Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte in Wasser. Im Abschnitt 3.1 wurde diese Wärmebehandlung als T1 bezeichnet. Eine kleine Gruppe von Proben wurde bei 1220°C geglüht: Diese Wärmebehandlung war die Basis für die mit T4 bezeichnete Behandlung.

Nach T1 weisen beide Chargen weiterhin eine austenitische Matrix auf (Abb. 4.36 a). Die gleichachsigen Körner haben eine Vielzahl von Rekristallisationszwillingen (Abb. 4.36 b) und die sehr breiten Korngrößenverteilungen haben als Mittelwerte 80 µm (T1.1) und 110 µm (T1.2), wobei hier die Zwillingsgrenzen mitberücksichtigt wurden. Dieses grobe Korngefüge ist nach der Lösungsglühung durchaus zu erwarten /67/ und erwünscht /52/.

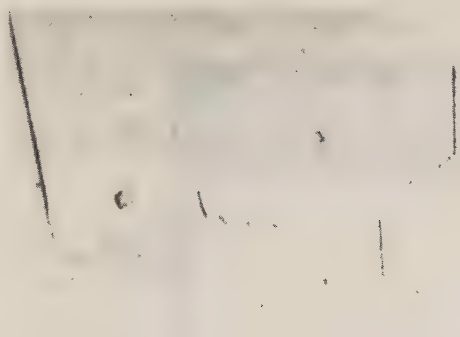
Von den zwei Gruppen von Teilchen im Anlieferungszustand sind nach der Lösungsglühung in LM-Aufnahmen nur noch die Titankarbonitride beobachtbar (Abb. 4.36). Bei der Interpretation von Aufnahmen ähnlich denen in den Abbildungen 4.36 a und b muß berücksichtigt werden, daß die austenitische Matrix der Legierung 800 eine starke Tendenz zur bevorzugten Ätzung an den Durchstoßpunkten von Versetzungen (unter günstigen kristallographischen Bedingungen) aufweist, zumal wenn die zur Kontrastherstellung benötigte Ätzzeit lang ist, wie es bei lösungsgeglühten Proben der Fall ist. Die Durchstrahlungselektronenmikroskopie bestätigt die LM-Beobachtungen: Außer den Titankarbonitriden und seltenen Titansulfiden (Abb. 4.37) werden keine Karbide des Typs $M_{23}C_6$ beobachtet. Dieser Befund stimmt mit dem von früheren Arbeiten /67,73/ überein, wonach alle Karbide des Typs $M_{23}C_6$ während der Lösungsglühung aufgelöst werden. Es wurde jedoch eine Wiederausscheidung dieser Karbide an Korn- und Zwillingsgrenzen während der Abkühlung an Luft beobachtet /73/. Schließlich muß unterstrichen werden, daß eine begrenzte Auflösung der Titankarbonitride gemäß Gl. 2.1 immer stattfindet und daß der in der Matrix gelöste Titangehalt mit steigender Temperatur zunimmt /17/.

a)



400 μm

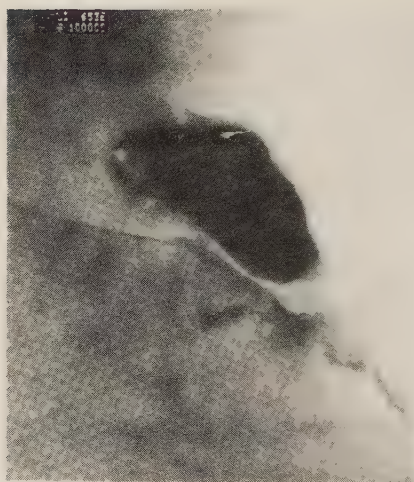
b)



50 μm

Abb. 4.36 a und b - Charge 2 nach Wärmebehandlung T1 (T1.2)
(LM, H_3PO_4 elektrolytisch).

a)



400 nm

b)

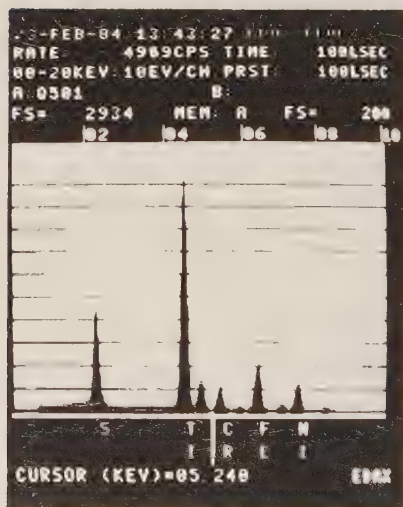


Abb. 4.37 - Titansulfid-Einschluß in einer Probe der Sorte Tl.2:
a: TEM-Aufnahme
b: EDS-Spektrum (TEM)

Die Versetzungsdichte nach Lösungsglühung ist sehr gering, wobei die wenigen Versetzungen vorwiegend in der Nähe von groben Teilchen und von Korn- und Zwillingsgrenzen anzutreffen sind (Abb.4.38). Diese Versetzungen sind wahrscheinlich während der Abschreckung aufgrund von thermischen Spannungen entstanden /74/.

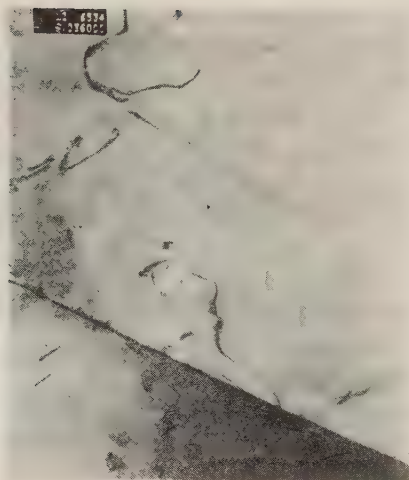
4.2.3 ZUSTAND NACH WÄRMEBEHANDLUNG BEI 800°C OHNE ÜBERLAGERTE VERFORMUNG

Durch die Abschreckung in Wasser nach der Lösungsglühung wird das Material in einen thermodynamisch metastabilen Zustand versetzt. Die hohen Gehalte von in der austenitischen Matrix gelöstem Kohlenstoff und ebenso gelösten Karbidbildnern (wie Chrom und Titan) erhöhen die gesamte freie Enthalpie des Systems. Die Erleichterung von Diffusionsprozessen durch Temperaturerhöhung ruft Ausscheidungsvorgänge hervor, deren Kinetik beispielhaft als ein Fall von Keimbildung und Wachstum (C-Kurven im ZTU-Diagramm) beschrieben werden kann /19,67/.

In der Legierung 800 wie in anderen austenitischen Stählen erfolgt die Ausscheidung von Karbiden heterogen: Bevorzugte Keimplätze sind Korn- und inkohärente Zwillingsgrenzen /74,75,76/. Diese Ausscheidung erfolgt bereits nach dem einstündigen Aufheizen auf 800°C in der für diese Arbeit eingesetzten Kriechapparatur (Abb. 4.39), eine Wärmebehandlung, die im Abschnitt 3.1 als T2 bezeichnet wurde. Die Korngrenzen und die inkohärenten Zwillingsgrenzen sind mit Karbiden belegt (Abb. 4.39 b), die kohärenten Zwillingsgrenzen sind frei und das Korninnere zeigt außer groben Titankarbonitriden nur seltene Ausscheidungen. Nach 10 h bei 800°C (Abb. 4.40 a) erhöht sich deutlich der ausgeschiedene Volumenanteil:

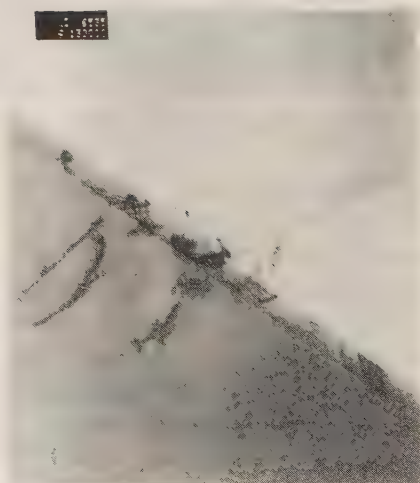
- a) von den inkohärenten Zwillingsgrenzen und von den Korngrenzen aus wachsen Lamellen in beide Zwillinge oder in beide Körner hinein. Die Lamellen verlaufen parallel zu den kohärenten Zwillingsgrenzen;
- b) die kohärenten Zwillingsgrenzen sind partiell mit Karbiden belegt;

a)



1 μm

b)



300 nm

Abb. 4.38 a und b - Versetzungen in einer Probe der Sorte Tl.2 (TEM).

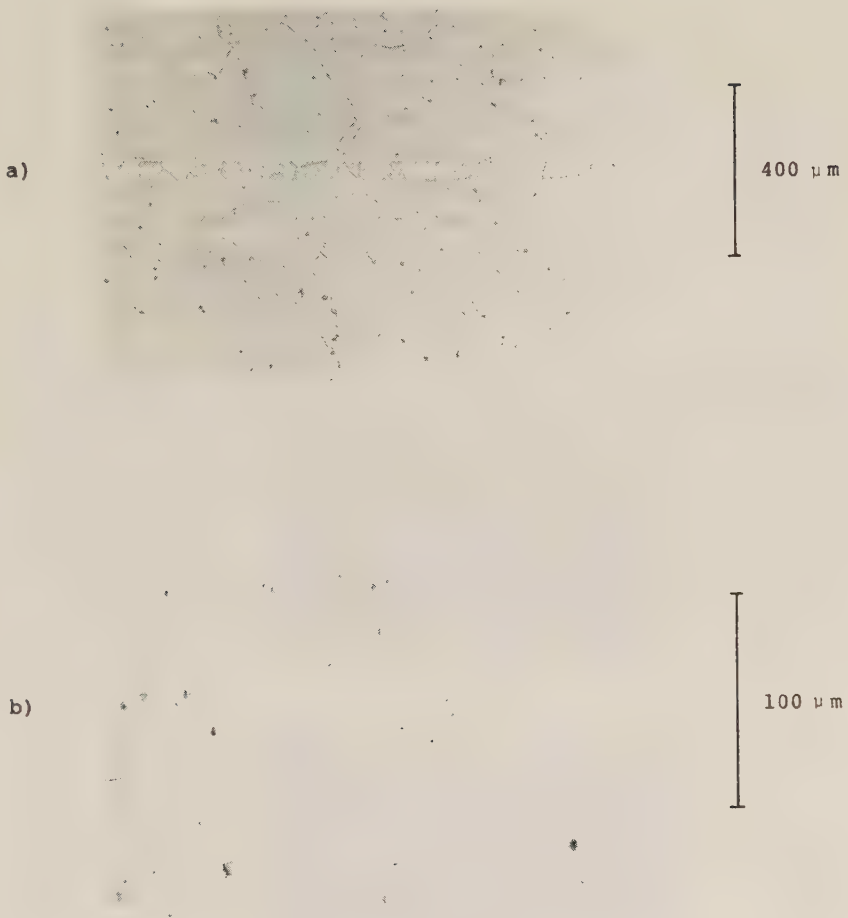


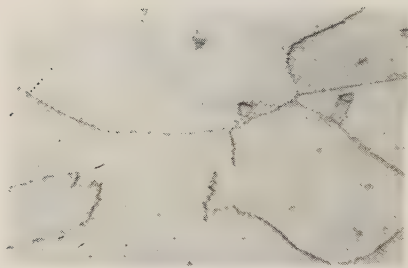
Abb. 4.39 a und b - LM-Aufnahmen einer Probe der Sorte T2.2:
Gefüge unmittelbar vor dem Beginn eines
Kriechversuches (H_3PO_4 , elektrolytisch).

a)



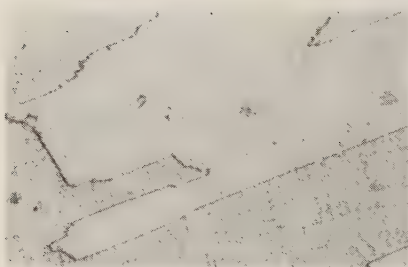
100 μm

b)



100 μm

c)



100 μm

Abb. 4.40 - Gefüge von Proben der Sorte Tl.1 nach Wärmebehandlungen bei 800°C (LM, H_3PO_4 , elektrolytisch):

a: 10 h

b: 25 h

c: 50 h

- c) im Korninneren hat sich eine große Anzahl von Karbidteilchen gebildet, wobei ein Teil davon sich um die groben Titankarbonitride anhäuft, der andere sich über das ganze Korn verteilt. Es ist allerdings auffallend, daß die Teilchen innerhalb eines Kornes eine deutlich lineare Anordnung besitzen. Diese Linien verlaufen parallel zu kohärenten Zwillingsgrenzen. Schepp /54/ hat eine ähnliche Anordnung von $M_{23}C_6$ -Teilchen in Inconel 617 nach Glühungen bei 850°C und 950°C beobachtet.

Nach 25 h und 50 h bei 800°C (Abb. 4.40 b und c) ändert sich der Ausscheidungszustand in geringerem Maße: Die Ausscheidung an kohärenten Zwillingsgrenzen vervollständigt sich, die Lamellen werden etwas länger. Eine Zunahme der Anzahl von ausgeschiedenen Teilchen ist nicht leicht festzustellen, da die Ausscheidungsrate von Korn zu Korn stark variieren kann.

Die Durchstrahlungselektronenmikroskopie ermöglicht sowohl die Identifizierung der ausgeschiedenen Karbide als auch eine bessere Beschreibung des Teilchengefüges. Zur Identifizierung der Karbide wurden Strukturdaten gesammelt und semi-quantitative energiedispersive Analysen (EDS) der anwesenden metallischen Elemente durchgeführt: Alle experimentellen Befunde weisen darauf hin, daß die ausgeschiedenen Karbide vom Typ $M_{23}C_6$ sind. Im folgenden werden die einzelnen Beobachtungen diskutiert. Aus Elektronenbeugungsbildern wird klar, daß die Teilchen kubisch flächenzentrierte Struktur besitzen. Der Gitterparameter beträgt $(1,071 \pm 0,006)$ nm und ist somit dreimal größer als der Gitterparameter der Matrix ($a = (0,359 \pm 0,002)$ nm). Darüber hinaus besteht zwischen den Orientierungen der Elementarzellen des Karbides und der Matrix die einfache Beziehung:

$$\begin{aligned} ((111))_K // ((111))_\gamma \\ [[110]]_K // [[110]]_\gamma \end{aligned} \quad (4.1)$$

Alle diese Strukturdaten sind für Karbide des Typs $M_{23}C_6$

kennzeichnend /54,76,77,78/. Bei der Aufnahme von EDS-Spektren von Teilchen in dünnen Folien muß beachtet werden, daß die umgebende Matrix das Ergebnis beeinflussen kann. Falls das Teilchen bei der Probenherstellung nicht auf beiden Seiten der Folie ganz von der Matrix freigesetzt wurde, wird im Spektrum trotz feiner Fokussierung ein Beitrag der Matrix mit aufgenommen. Darüber hinaus sind kleine Beiträge wegen der Streustrahlung, deren Entstehung von komplexerer Natur ist, nicht auszuschließen /79/. Die EDS-Spektren der meisten Karbide zeigen eine sehr große Anreicherung an Chrom (Abb. 4.41), wobei Eisen und Nickel in kleineren Mengen anwesend sind. In einigen Karbiden wird zusätzlich Titan beobachtet (Abb. 4.41 c). Auch Karbide, die sich an Zwillingsgrenzen oder als Lamellen in ihrer Nähe ausscheiden, weisen eine große Anreicherung an Chrom und geringere Mengen von Eisen und Nickel auf (Abb. 4.42). Nach diesen Beobachtungen zur Zusammensetzung sind diese Karbide als vom Typ $M_{23}C_6$ zu betrachten. Dieser Karbidtyp ist klassisch als Chromkarbid, $Cr_{23}C_6$, bekannt /15/ und beobachtet /71/. In seine komplexe Elementarzelle können aber auch Eisen, Nickel, Molybdän, Wolfram, Kobalt, Titan und Niob eingebaut werden /80,81/.

Die Titanverteilung in den $M_{23}C_6$ -Teilchen ist nicht unbedingt homogen. An drei Stellen in der Abbildung 4.43 a wurden EDS-Spektren aufgenommen: An B ist der Titangehalt viel größer (Abb. 4.43 b) als an C (Abb. 4.43 c), wobei die hohen Eisen- und Nickelgehalte an B auf die Matrix zurückzuführen sind, denn es handelt sich um ein dünnes Plättchen. Das Karbid an der Stelle D ist keineswegs homogen (Abb. 4.43 a), und das EDS-Spektrum zeigt eine große Anreicherung an Titan und Chrom und auch ca. 1 Gew.% Molybdän und weniger als 1 Gew.% Niob. Obwohl der Molybdän- und der Niobgehalt der Charge sehr gering ist, sind Molybdän und Niob sehr starke Karbidbildner, so daß der Kern dieses Teilchens sich wahrscheinlich zu einem frühen Zeitpunkt der Wärmebehandlung ausgeschieden hat. Terao und Sasmal /76/ berichten über ähnliche Ausscheidungen im Stahl X 8 CrNiMoNb 16 16 (Werkstoff Nr. 1.4981). Es konnte allerdings nicht geklärt werden, ob es sich hier um eine einfache

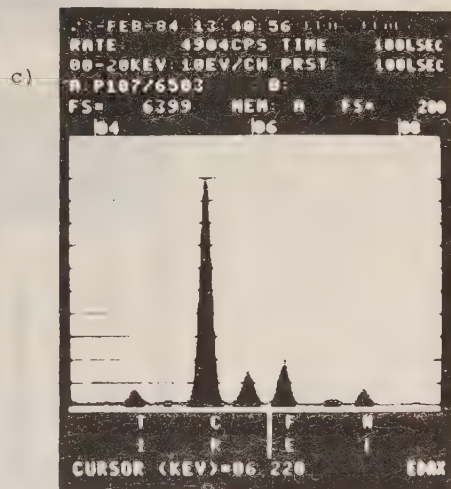
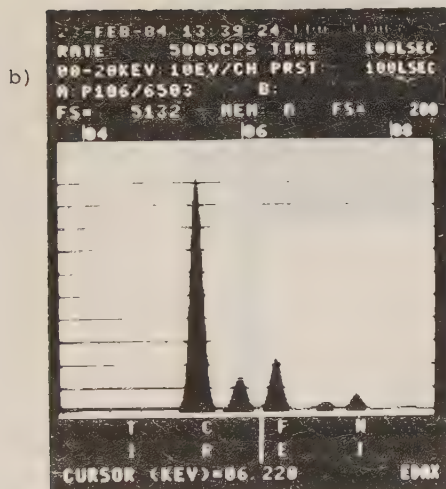
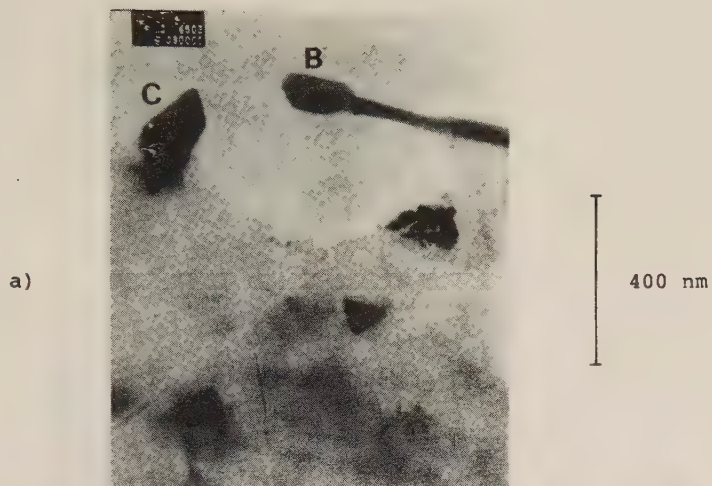


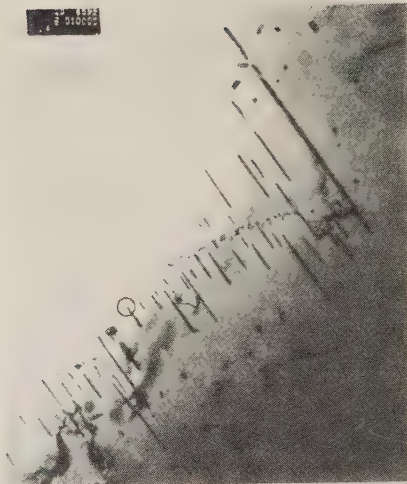
Abb. 4.41 - Ausgeschiedene Karbide in einer Probe der Sorte Tl.2 nach 25 h bei 800°C:

a: TEM-Aufnahme.

b: EDS-Spektrum an der Stelle B (TEM).

c: EDS-Spektrum an der Stelle C (TEM).

a)



4 μm

b)

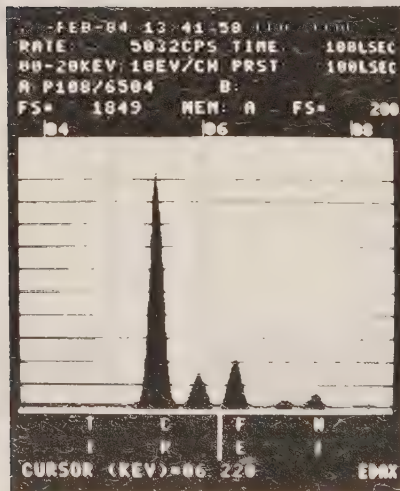


Abb. 4.42 - $M_{23}C_6$ -Lamellen in einer Probe der Sorte T3.2:

a: TEM-Aufnahme.

b: EDS-Spektrum an der in (a) gekennzeichneten Stelle

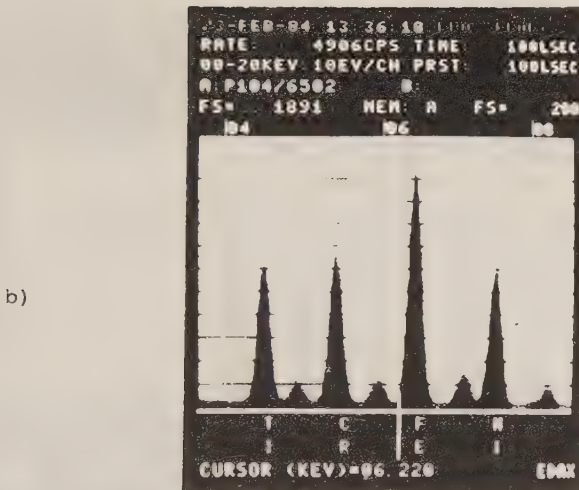
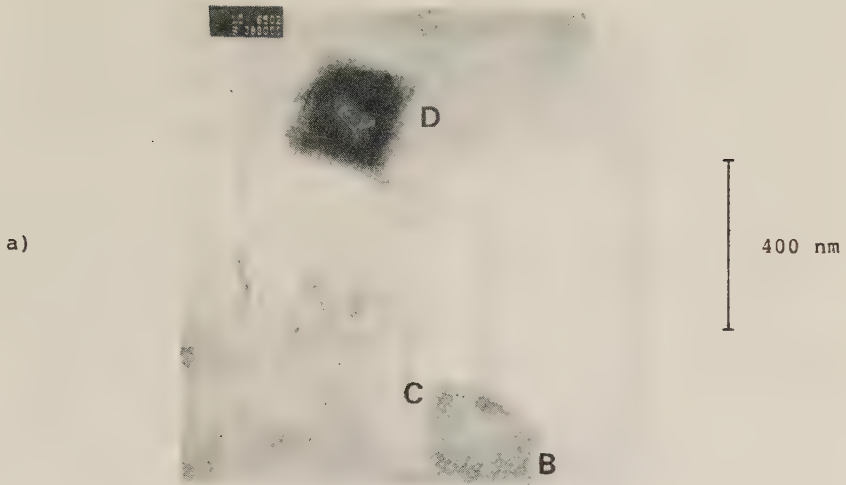
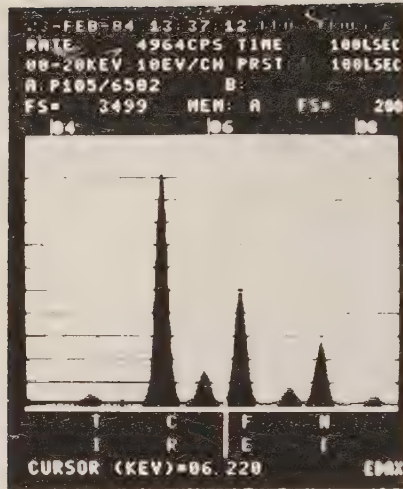


Abb. 4.43 - Ausgeschiedene Karbide in einer Probe der Sorte Tl.2 nach 25 h bei 800°C:
a: TEM-Aufnahme.
b: EDS-Spektrum an der Stelle B.

c)



d)

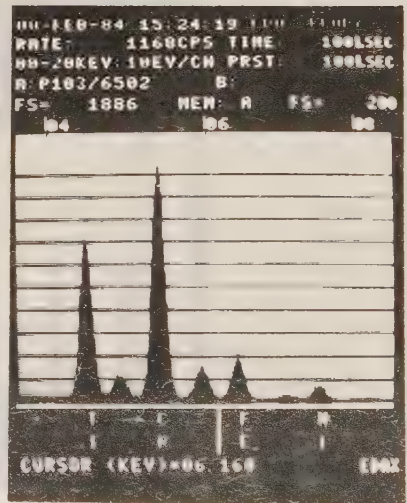
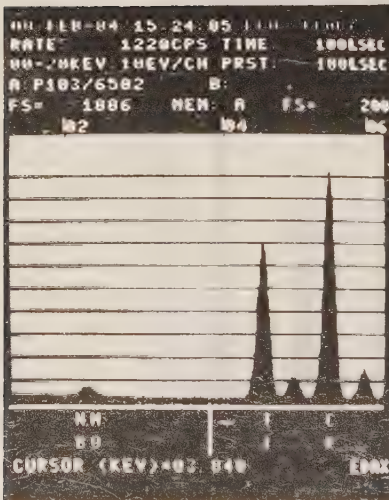


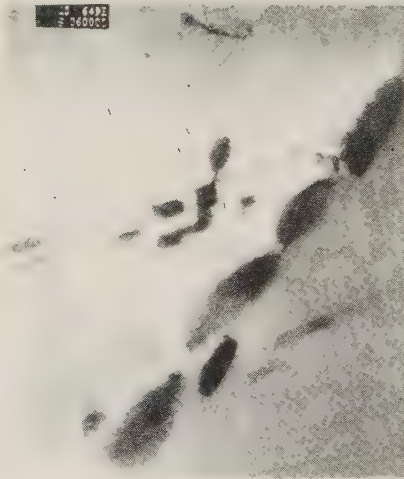
Abb. 4.43 c und d: EDS-Spektren an den Stellen C und D

heterogene Keimbildung eines $M_{23}C_6$ -Teilchens an einem (Ti,Mo,Nb)(C,N)-Kern oder um eine Umwandlung eines Karbides des Typs MC in ein Karbid des Typs $M_{23}C_6$ /82/ handelt. Intragranulare Ausscheidung von Titankarbonitriden wurde an Incoloy 800 /73,83/ und anderen austenitischen Stählen /84/ beobachtet.

Nach der Wärmebehandlung T2 sind die Korngrenzen mit Karbiden belegt (Abb. 4.44 a). Elektronenbeugungsbilder zeigen, daß die kristallographische Orientierung der Karbide auf einer Seite der Korngrenze und die desselben Kornes der Beziehung 4.1 folgt. Im Korninneren (Abb. 4.44 a und b) scheiden sich die $M_{23}C_6$ -Teilchen an den vorhandenen Versetzungen aus /72,73,77, 85,86/. Im Gegensatz zu diesen Befunden beobachten aber Villagrana et al. /71/ im Korninneren außer titanreichen Phasen keine $M_{23}C_6$ -Teilchen nach langzeitigen Glühungen bei Temperaturen zwischen 538°C und 760°C. Die Abbildung 4.45 zeigt den Effekt der Behandlungsdauer auf die Teilchenstruktur: Die Abbildungen 4.45 a und b sind TEM-Aufnahmen einer Probe nach der Wärmebehandlung T2, während die Abbildungen 4.45 c und d das Gefüge einer Probe der Sorte T3.2 wiedergeben. Die Vergrößerung der Karbide ist deutlich, wie auch von Orlová /77/ und von Beckitt und Clark /78/ beobachtet. Die intragranulare Ausscheidung erfolgt, wie bereits anhand von LM-Aufnahmen beschrieben, an Versetzungen und bildet entweder deutliche, gerade Linien (Abb. 4.46 a) oder Anhäufungen um Titankarbonitride (Abb. 4.46 b). In der Nähe von inkohärenten Zwillingsgrenzen bilden sich $M_{23}C_6$ -Lamellen (Abb. 4.47). In der Literatur werden Erklärungen für diese Anordnungen vorgeschlagen, die von der heterogenen Keimbildung dieser Karbide an Versetzungen ausgehen:

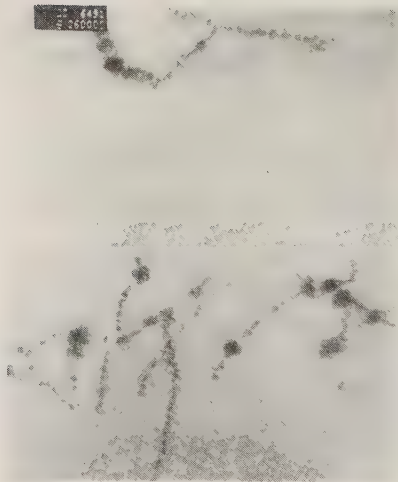
- a) wegen der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten vom Titankarbonitrid und von der austenitischen Matrix entstehen während Temperaturänderungen Versetzungen in der Umgebung der großen Teilchen /74/, die in späteren Wärmebehandlungen Keimplätze für die Ausscheidung von Karbiden anbieten (Abb. 4.46 b);

a)



500 nm

b)



500 nm

Abb. 4.44 - TEM-Aufnahmen einer Probe der Sorte T2.2: Gefüge unmittelbar vor dem Beginn eines Kriechversuches.

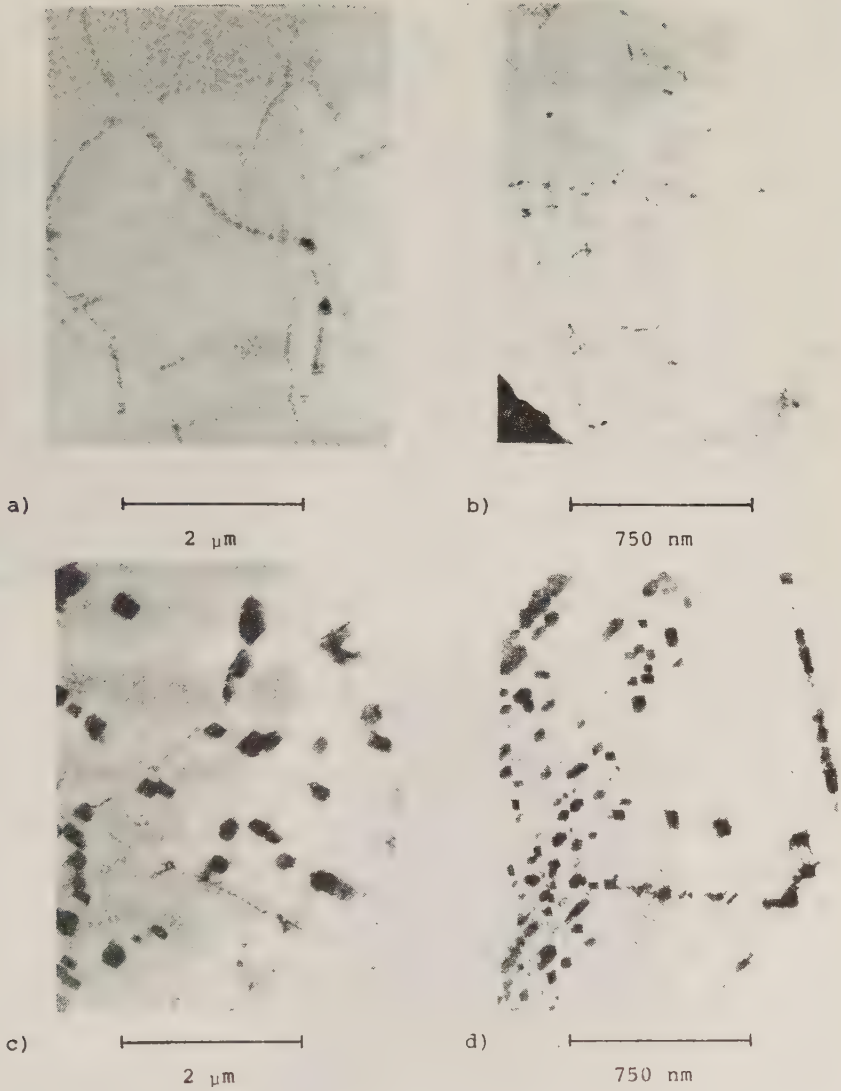


Abb. 4.45 - Einfluß der Behandlungsdauer auf das Gefüge:
a und b: Aufheizen auf 800°C in einer Stunde
(T2.2,TEM).
c und d: 350 h bei 800°C (T3.2,TEM).

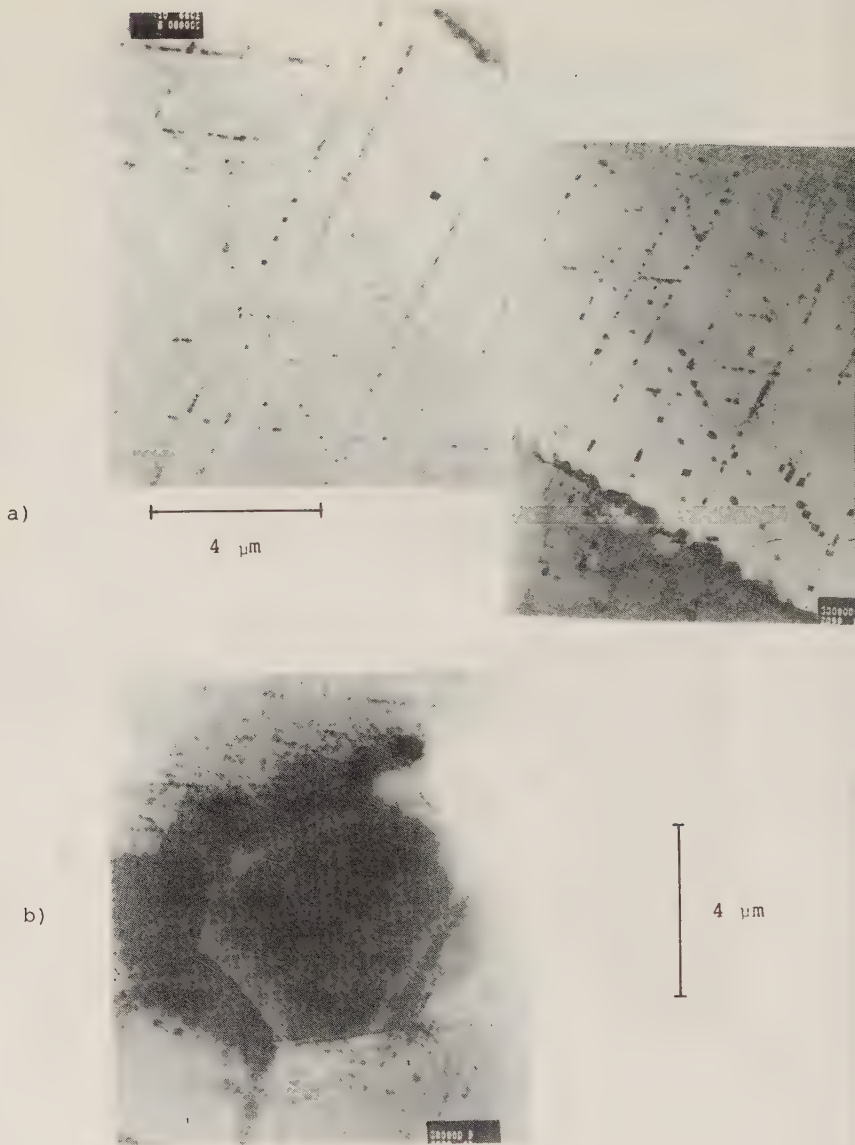


Abb. 4.46 - $M_{23}C_6$ -Teilchen in einer Probe der Sorte T3.2:

a: zellige Anordnung (TEM).

b: Anhäufung um eine $Ti(C,N)$ -Partikel (TEM).

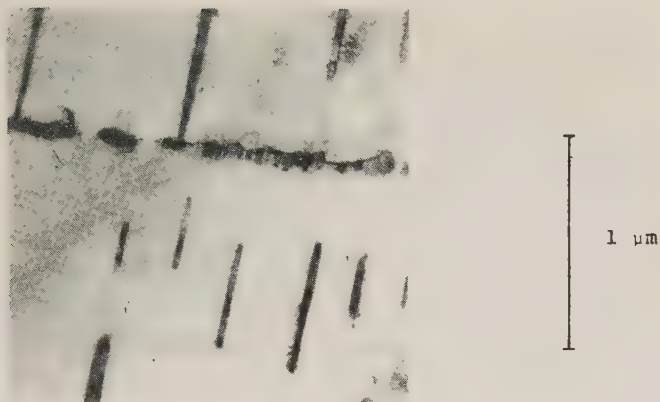


Abb. 4.47 - $M_{23}C_6$ -Lamellen in der Nähe einer inkohärenten Zwillingsgrenze. Probe der Sorte Tl.1 nach 100 h bei 800°C (TEM).

b) aufgrund des Volumenunterschieds zwischen der $M_{23}C_6$ - und der Matrixzelle entstehen bei der Bildung solcher Teilchen Versetzungsringe, die durch das Teilchenwachstum zum Gleiten kommen und die Bildung neuer Teilchen ermöglichen /74,78/. Auf diese Weise entstehen Ketten von Teilchen, wie sie in der Abbildung 4.45 c zu sehen sind. In der gleichen Abbildung kann die Versetzungsaktivität um wachsende Teilchen beobachtet werden;

c) ein ähnlicher Mechanismus wurde für die Lamellenbildung in der Nähe von inkohärenten Zwillingsgrenzen vorgeschlagen /78,83/.

Es bleibt allerdings noch offen, ob die hier beobachtete, zeilige Anordnung der intragranularen Karbide (Abb. 4.40 und 4.46 a) durch den Mechanismus (b) erklärt werden kann, denn in einigen Fällen ist der freie Abstand zwischen einzelnen Teilchen in einer Reihe drei- bis viermal größer als die Teilchenabmessung selbst.

Der beobachtete Habitus der $M_{23}C_6$ -Teilchen entspricht den Befunden von früheren Arbeiten /74,76,78/. In mehreren TEM-

Aufnahmen werden Moiré-Streifen an der Grenzfläche zwischen Matrix und $M_{23}C_6$ -Teilchen beobachtet (Abb. 4.44 a und b, 4.45 b bis d). Der starke Kontrast dieser Moiré-Streifen erschwert die Beobachtung der Anpassungsversetzungen an der Grenzfläche zwischen Matrix und semi-kohärenten Teilchen. Allerdings können diese Versetzungen mit Hilfe der "weak beam" Technik sichtbar gemacht werden /33/. In einem speziellen Fall kann an den flachen Flächen der $M_{23}C_6$ -Lamellen eine Familie dieser Anpassungsversetzungen beobachtet werden (Abb. 4.47), wie auch von Lewis und Hattersley /74/ berichtet.

Die Ausscheidung der intermetallischen Phase $Ni_3(Al,Ti)$, γ' , wurde in keiner Probe festgestellt. Bei einer Temperatur von $800^{\circ}C$ und für die verhältnismäßig kurzen Zeiten (bis ca. 500 h) wäre diese Ausscheidung jedenfalls nicht zu erwarten /67.86/.

4.2.4 ZUSTAND NACH KRIECHVERFORMUNG BEI $800^{\circ}C$

4.2.4.1 Lichtmikroskopie

Das Gefüge der Proben unmittelbar vor dem Beginn eines Kriechversuches (T2) wurde bereits anhand der Abbildungen 4.39 und 4.44 beschrieben. Die sich anschließende Verformung ändert das Korngefüge zunächst nur in geringem Maße: Einige kohärente Zwillingsgrenzen sind leicht gebogen (Abb. 4.48 a), die Körner sind aber nach wie vor gleichachsig. In dieser und in den nächsten Abbildungen wird als Versuchszeit, t_v , das Zeitintervall zwischen der Belastung und der Abkühlung auf Raumtemperatur (unter voller Last und durch einen Druckluftstrom) angegeben. Ein Vergleich der Ausscheidung an Korn- und Zwillingsgrenzen im Bereich der Meßlänge (Abb. 4.48 a) und des Probenkopfs (Abb. 4.48 b) läßt keinen Unterschied erkennen. Die intragranulare Ausscheidung erfolgt zwar in diesen beiden Fällen nach der oben beschriebenen Anordnung (Abb. 4.40), ein einfacher Vergleich hinterläßt aber zumindest den subjektiven Eindruck, daß sich die intragranulare Ausscheidung in der Meßlänge in einem fortgeschritteneren Stadium befindet. Eine ein-

Aufnahmen werden Moiré-Streifen an der Grenzfläche zwischen Matrix und $M_{23}C_6$ -Teilchen beobachtet (Abb. 4.44 a und b, 4.45 b bis d). Der starke Kontrast dieser Moiré-Streifen erschwert die Beobachtung der Anpassungsversetzungen an der Grenzfläche zwischen Matrix und semi-kohärenten Teilchen. Allerdings können diese Versetzungen mit Hilfe der "weak beam" Technik sichtbar gemacht werden /33/. In einem speziellen Fall kann an den flachen Flächen der $M_{23}C_6$ -Lamellen eine Familie dieser Anpassungsversetzungen beobachtet werden (Abb. 4.47), wie auch von Lewis und Hattersley /74/ berichtet.

Die Ausscheidung der intermetallischen Phase $Ni_3(Al,Ti)$, γ' , wurde in keiner Probe festgestellt. Bei einer Temperatur von $800^{\circ}C$ und für die verhältnismäßig kurzen Zeiten (bis ca. 500 h) wäre diese Ausscheidung jedenfalls nicht zu erwarten /67.86/.

4.2.4 ZUSTAND NACH KRIECHVERFORMUNG BEI $800^{\circ}C$

4.2.4.1 Lichtmikroskopie

Das Gefüge der Proben unmittelbar vor dem Beginn eines Kriechversuches (T2) wurde bereits anhand der Abbildungen 4.39 und 4.44 beschrieben. Die sich anschließende Verformung ändert das Korngefüge zunächst nur in geringem Maße: Einige kohärente Zwillingsgrenzen sind leicht gebogen (Abb. 4.48 a), die Körner sind aber nach wie vor gleichachsig. In dieser und in den nächsten Abbildungen wird als Versuchszeit, t_V , das Zeitintervall zwischen der Belastung und der Abkühlung auf Raumtemperatur (unter voller Last und durch einen Druckluftstrom) angegeben. Ein Vergleich der Ausscheidung an Korn- und Zwillingsgrenzen im Bereich der Meßlänge (Abb. 4.48 a) und des Probenkopfs (Abb. 4.48 b) läßt keinen Unterschied erkennen. Die intragranulare Ausscheidung erfolgt zwar in diesen beiden Fällen nach der oben beschriebenen Anordnung (Abb. 4.40), ein einfacher Vergleich hinterläßt aber zumindest den subjektiven Eindruck, daß sich die intragranulare Ausscheidung in der Meßlänge in einem fortgeschritteneren Stadium befindet. Eine ein-

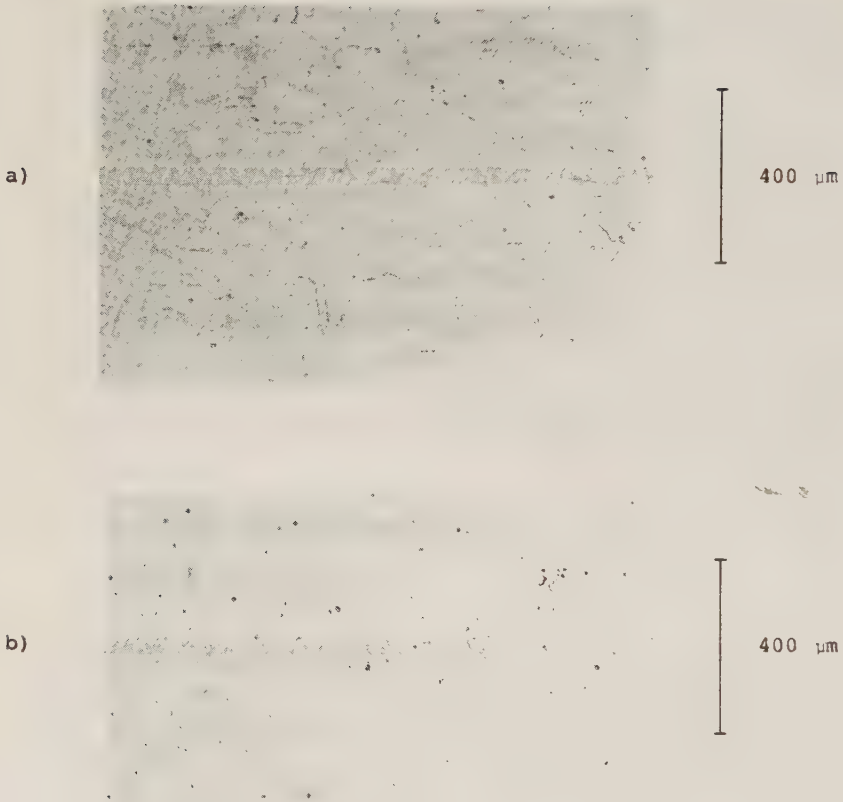


Abb. 4.48 - Gefüge einer verformten Probe der Sorte T2.2:
 $\sigma = 58 \text{ MPa (mon)}$; $\epsilon = 0,110$; $t_V = 549,5 \text{ h (LM, H}_3\text{PO}_4 \text{ elektrolytisch)}$:
a: Meßlänge, Längeschnitt, Spannungsachse senkrecht zum Vergrößerungsbalken;
b: Probenkopf, Querschnitt.

deutige Aussage in diesem Punkt erfordert aber zunächst eine genaue Beschreibung im Sinne der quantitativen Metallographie der ausgeschiedenen Teilchen. Der untersuchte Bereich muß mehrere Körner erfassen, denn die Ausscheidung kann von Korn zu Korn stark variieren. Schließlich muß noch berücksichtigt werden, daß ein von der Meßlänge zum Probenkopf hin abfallender Temperaturgradient nicht auszuschließen ist, was in diesem Fall zu einer Beschleunigung der Ausscheidung im Probenkopf führen kann /67/.

In den Abbildungen 4.49 a bis f werden die Gefüge aus drei Bereichen einer bis zum Bruch verformten Probe verglichen: Aus dem Bereich des Probenkopfs (Abb. 4.49 a), dem der Meßlänge (Abb. 4.49 b und c) und dem der Einschnürung nahe der Bruchfläche (Abb. 4.49 d bis f). Was die inter- und intragranulare Ausscheidung anbelangt, gelten hier die oben ausgeführten Bemerkungen. In einem weit von der Bruchfläche befindlichen Bereich der Meßlänge zeigt das Korngefüge trotz des hohen Verformungsgrades nur leicht gebogene kohärente Zwillingsgrenzen und einige in Spannungsrichtung leicht gestreckte Körner (Abb. 4.49 b). Im Bereich der Einschnürung dagegen sind die Körner deutlich in Spannungsrichtung gestreckt (Abb. 4.49 d) und einige kohärente Zwillingsgrenzen sind stark gebogen, wie auch die von Teilchen im Korninneren gebildeten Linien (Abb. 4.49 e und f).

4.2.4.2 Durchstrahlungselektronenmikroskopie

Durch die Belastung erhöht sich die Versetzungsdichte am Anfang eines Kriechversuches schlagartig (Abb. 4.50 a und b): Bei einer Spannung von 124 MPa und mit einem Verformungsgrad von 0,043 beträgt die Versetzungsdichte $2 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ (Abb. 4.50b). Die in diesem anfänglichen Bereich beobachtete Verfestigung (Abb. 4.3 und 4.4) beruht auf Versetzungsreaktionen und auf der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und ausgeschiedenen Teilchen (Abb. 4.51 a bis c). Um die Teilchen bilden sich Versetzungsstrukturen (Abschn. 2.2), die wegen der Moiré-Streifen und der Anpassungsversetzungen an der Grenzflä-

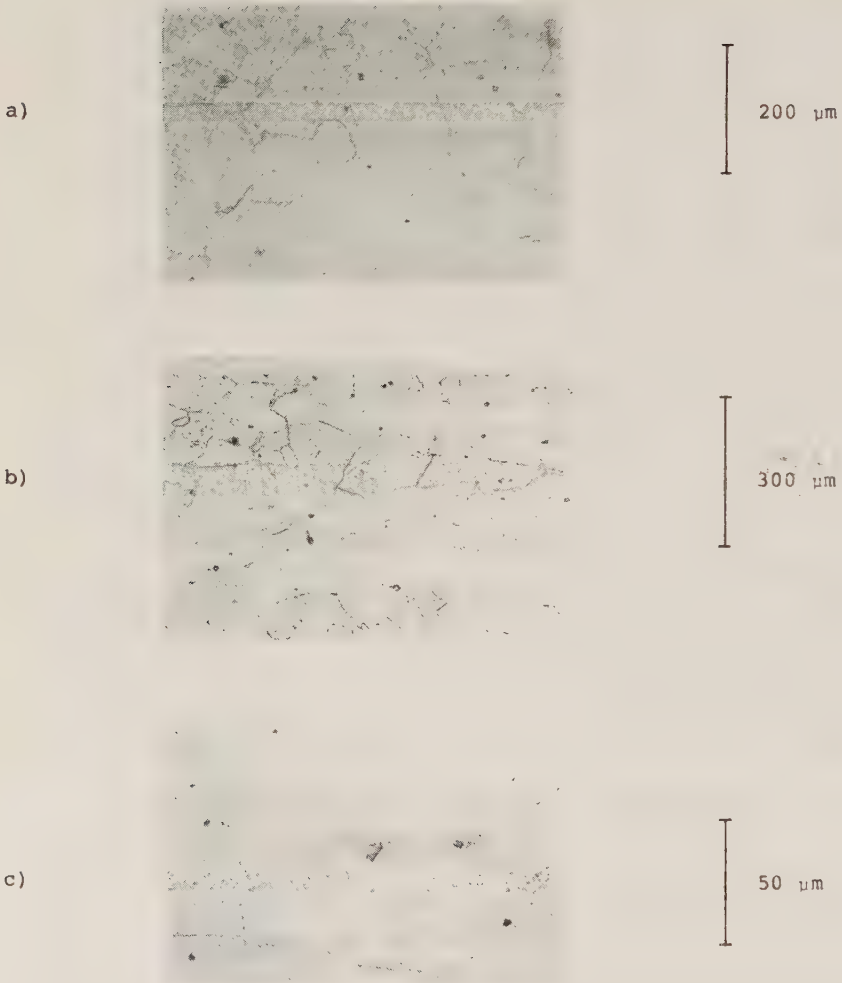
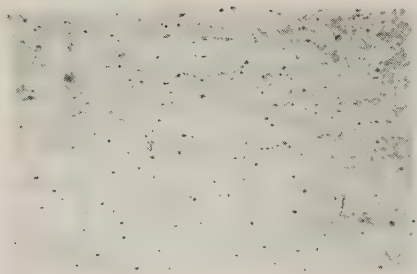


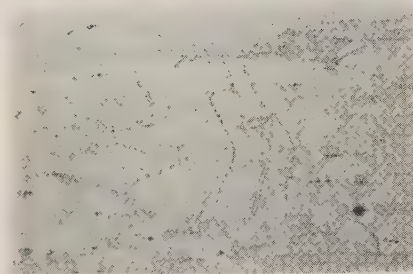
Abb. 4.49 - Gefüge einer bis zum Bruch verformten Probe der Sorte T2.2: $\sigma = 138 \text{ MPa (mon)}$; $\epsilon_B = 0,469$; $t_V = 8,5 \text{ h (LM, H}_3\text{PO}_4 \text{ elektrolytisch)}$:
a: Probenkopf, Querschnitt;
b und c: Meßlänge, Längsschnitt, Spannungsachse senkrecht zum Vergrößerungsbalken.

d)



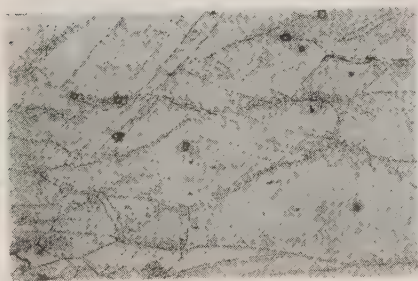
500 μm

e)



200 μm

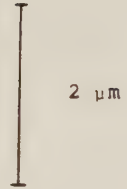
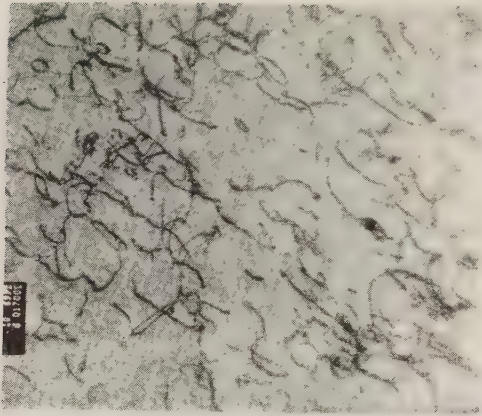
f)



150 μm

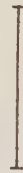
Abb. 4.49 d bis f: Meßlänge im Bereich der Einschnürung, Längs-
geschnitt, Spannungsachse senkrecht zum
Vergrößerungsbalken.

a)



2 μm

b)



3 μm

Abb. 4.50 - Versetzungsstrukturen nach kurzer Kriechverformung:
a: Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 124 \text{ MPa}$ (mon);
 $\epsilon = 0,012$; $t_V = 3 \text{ min}$ (TEM);
b: Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 124 \text{ MPa}$ (mon);
 $\epsilon = 0,043$; $t_V = 20 \text{ min}$ (STEM).

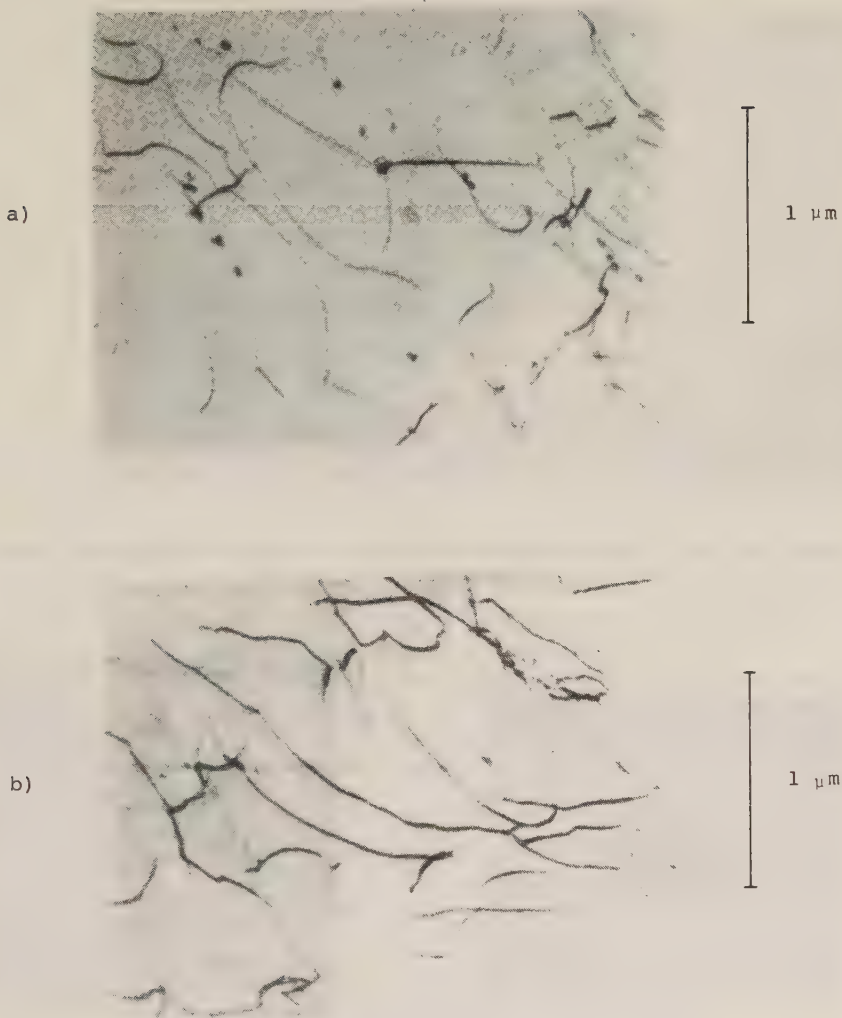


Abb. 4.51 - Wechselwirkung zwischen Versetzungen und zwischen Versetzungen und Teilchen:

a und b: Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 124$ MPa (mon);

$\epsilon = 0,043$; $t_V = 20$ min (STEM).

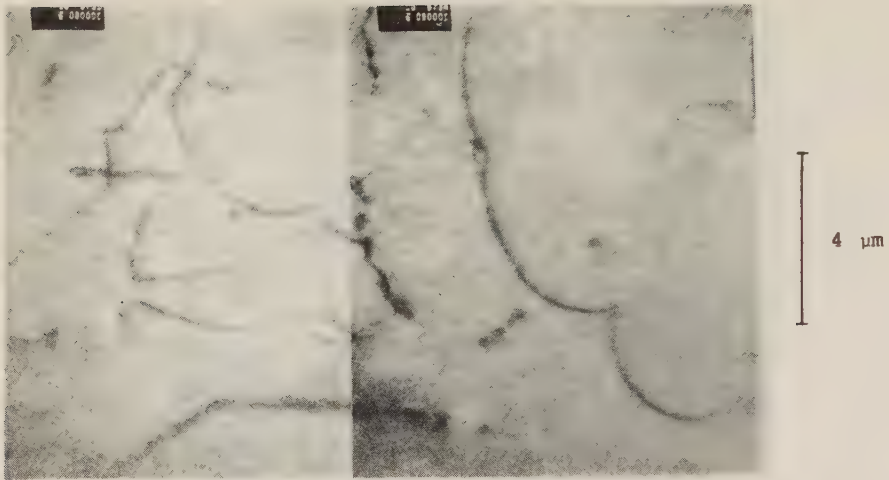


Abb. 4.51 c - Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 80 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon = 0,05$
 $t_V = 24,3 \text{ h}$ (TEM).

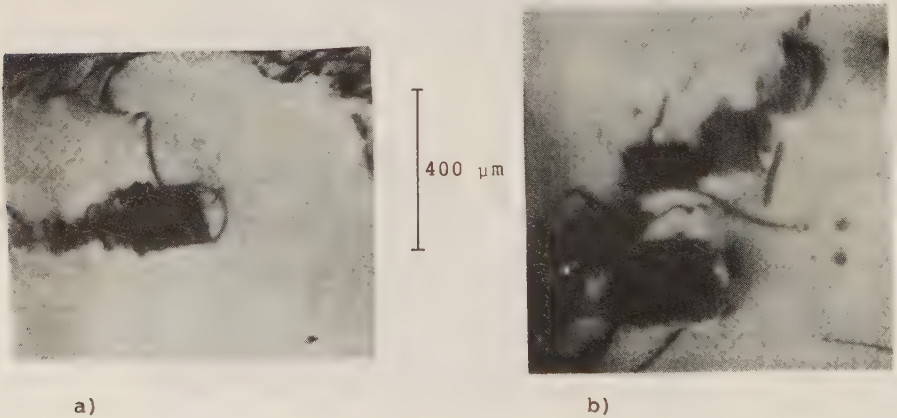


Abb. 4.52 - Wechselwirkung zwischen beweglichen Versetzungen
und Versetzungsanordnungen um Teilchen:
a und b: Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 80 \text{ MPa}$ (mon);
 $\epsilon = 0,05$, $t_V = 24,3 \text{ h}$ (TEM).



Abb. 4.52 c - Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 105$ MPa (mon und zyk);
 $\epsilon_B = 0,374$; $t_V = 64,5$ h (TEM).

che Matrix-Teilchen schwer zu indentifizieren sind. Dennoch zeigen die Versetzungslinien, die mit dieser Grenzfläche verbunden sind (Abb. 4.52 a bis c), daß jene Versetzungsstrukturen vorhanden sind und in der Wechselwirkung zwischen beweglichen Versetzungen und Teilchen eine Rolle spielen. Der Versetzungsring in der Abbildung 4.52 c ist unter dem Einfluß des Elektronenstrahls in einigen Sekunden bis zu der hier abgebildeten Form gewachsen.

Die Versetzungsreaktionen führen zur Bildung von Subkorngrenzen: Bereits nach einem Verformungsgrad von 0,05 bei 80 MPa werden zahlreiche, gut ausgebildete Subkorngrenzen beobachtet (Abb. 4.53 a und b). Bei höheren Spannungen aber verzögert sich der Aufbau von Subkorngrenzen: Die Abbildung 4.50b zeigt, daß nach einem Dehnungsgrad von 0,043 bei 124 MPa noch keine Subkorngrenze vorhanden ist (der gezeigte Bereich ist für die ganze Probe repräsentativ). Bei dieser Spannung werden nach einem Verformungsgrad von $\approx 0,09$ in allen Körnern gut ausgebildete Subkorngrenzen beobachtet. Im Abschnitt 2.3 wurde gezeigt, daß diese Subkorngrenzen mit freien Versetzungen reagieren. Die Abbildungen 4.54 a und b zeigen Beispiele solcher Reaktionen. Zwischen den ausgeschiedenen Teil-

a)



1 μm

b)



400 nm

Abb. 4.53 a und b - Subkorngrenzen bei noch geringer Verformung. Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 80 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon = 0,05$; $t_V = 24,3 \text{ h}$ (TEM).

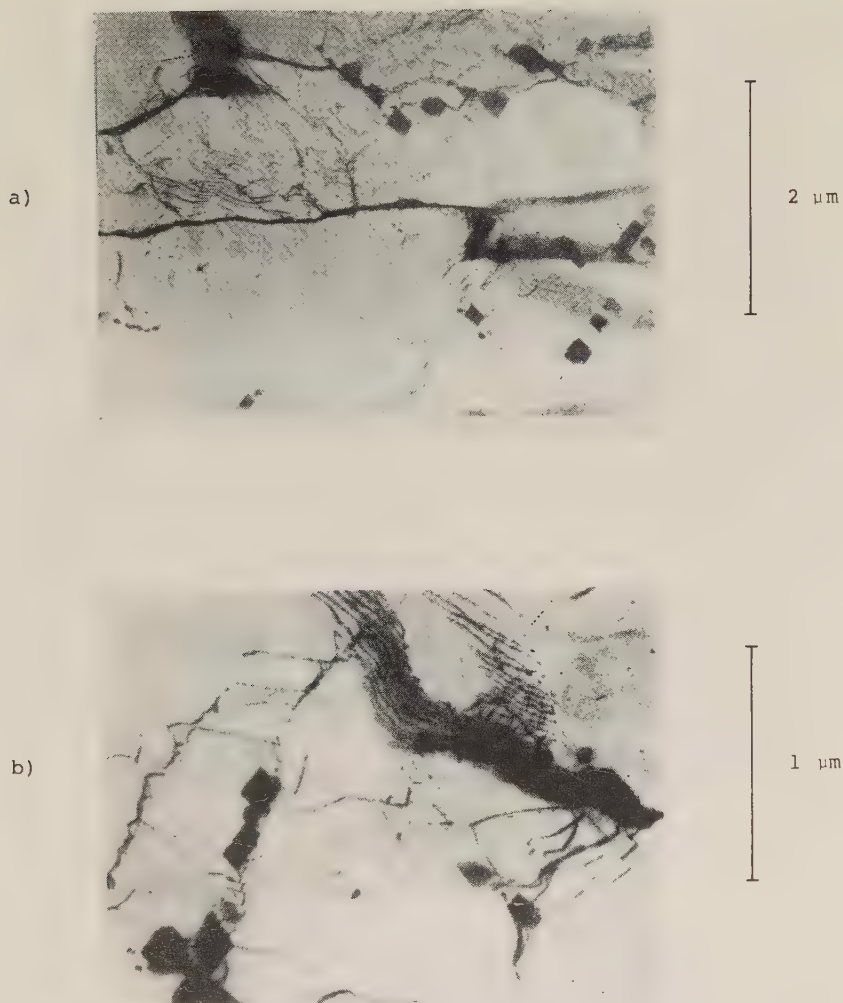
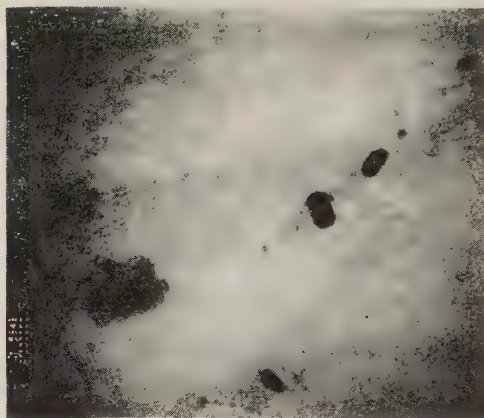


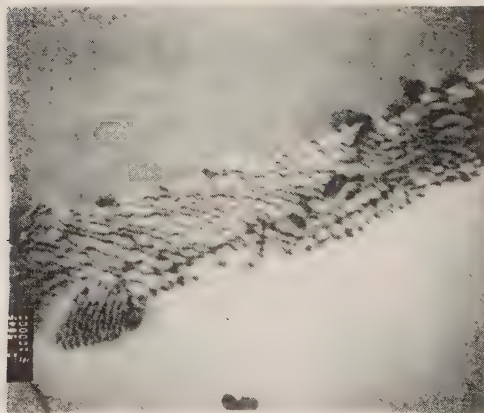
Abb. 4.54 a und b - Wechselwirkung zwischen freien Versetzungen und Subkorngrenzen. Probe der Sorte T2.2; $\sigma_0 = 125$ MPa (zyk); $R = 0,05$; $\Delta t = 10$ s; $\epsilon_B = 0,198$; $t_V = 51$ h (STEM).

a)



400 nm

b)



400 nm

Abb. 4.55 a und b - Wechselwirkung zwischen Subkorngrenzen und Teilchen. Der Unterschied im Kippwinkel beträgt 3° . Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 105$ MPa (mon. und zyk.); $\epsilon_B = 0,374$; $t_V = 64,5$ h (TEM).

chen und den Subkorn Grenzen bestehen auch Wechselwirkungen (Abb. 4.53 a, 4.54 b, 4.55 a und b). Dem Abstand zwischen Versetzungen in der Subkorn Grenze, s , wird zwar in neuen Modellen der Kriechverformung (Abschn. 2.3) eine wichtige Rolle beigegeben, es ist aber keine leicht meßbare Größe /87,88/. Wegen der großen angelegten Spannungen bilden sich engmaschige Subkorn Grenzen, die nur bei hoher Vergrößerung aufzulösen sind und deswegen bei der Bestimmung von s große Schwierigkeiten bereiten. Die Abbildung 4.55 b zeigt eine Subkorn Grenze, die in einer günstigen Lage aufgenommen wurde: Hiernach beträgt s bei einer angelegten Spannung von 105 MPa ca. 20 nm.

Die Abbildung 4.56 zeigt die vollkommen ausgebildete Subkornstruktur einer Probe, die unter monotoner Belastung mit 105 MPa bis zum Bruch verformt wurde. Leichte Wölbungen der dünnen Folien erschweren die Aufnahme dieser Strukturen in großen Flächen: Die verschiedenen Bereiche müssen mit höherer Vergrößerung aufgenommen werden, und in jedem Falle wird die günstigste Orientierung gesucht, damit alle anwesenden Subkörner identifiziert werden können. Der Kippwinkel wird dabei um nicht mehr als $\pm 2^\circ$ um eine zentrale Stellung geändert, so daß die Subkörner nicht verzerrt abgebildet werden. Die Abbildungen 4.57 und 4.58 zeigen die Subkornstrukturen von Proben, die unter zyklischer Beanspruchung bis zum Bruch verformt wurden. Die Aufnahmen in der Abbildung 4.58 wurden mit dem Raster-Durchstrahlungselektronenmikroskop (STEM) gemacht: Diese Technik ermöglicht die Aufnahme von großen Bereichen, wobei benachbarte Subkörner ohne Änderung des Kippwinkels unterschieden werden können. Im allgemeinen ist es günstiger, Versetzungen mit dem STEM sichtbar zu machen. Alle untersuchten Proben zeigten eine verhältnismäßig homogene Subkornstruktur /77,89/. Die Tabelle 4.3 faßt die Ergebnisse der Bestimmung der Subkorngröße, L_{sk} , zusammen:

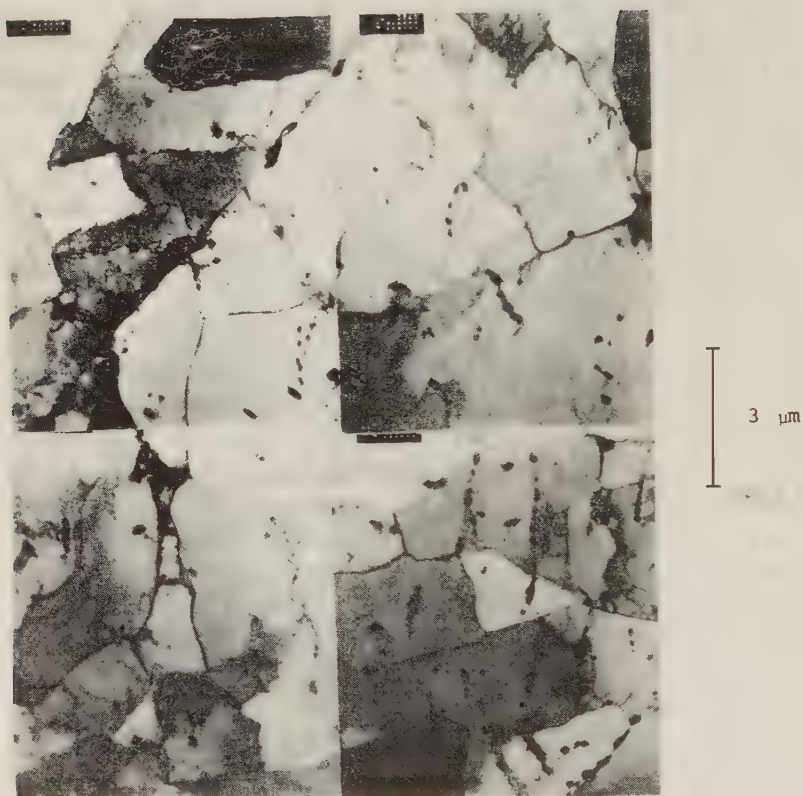


Abb. 4.56 - Subkornstruktur einer Probe der Sorte T2.2;
 $\sigma = 105 \text{ MPa (mon)}$; $\varepsilon_B = 0,433$; $t_V = 38,8 \text{ h (TEM)}$.

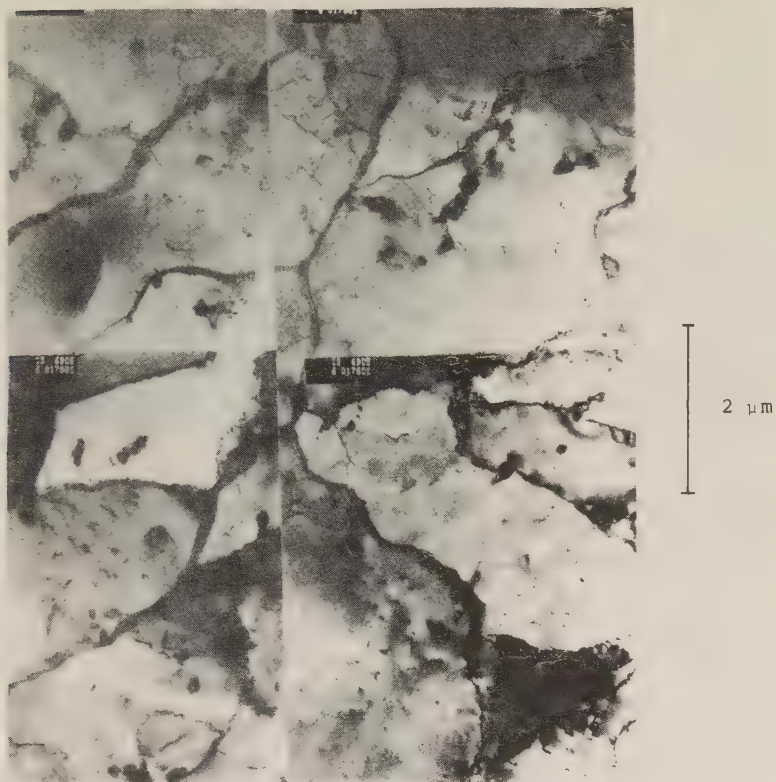


Abb. 4.57 - Subkornstruktur einer Probe der Sorte T2.2;
 $\sigma_O = 124 \text{ MPa (zyk.)}$; $R = 0,05$; $\Delta t = 10 \text{ s}$;
 $\epsilon_B = 0,198$; $t_V = 51 \text{ h (TEM)}$.

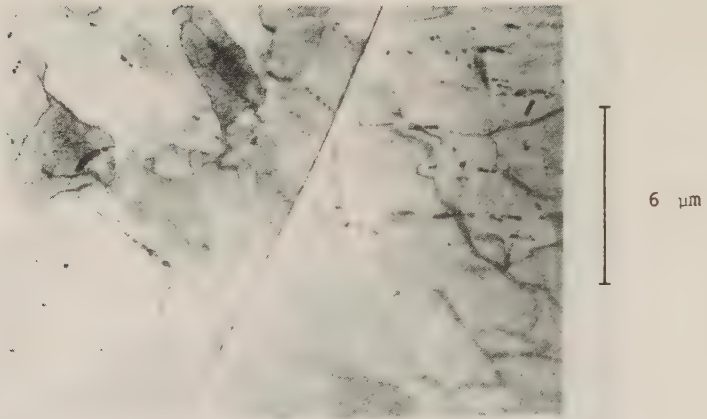


Abb. 4.58 - Subkornstruktur einer Probe der Sorte T2.2;
 $\sigma_0 = 125 \text{ MPa (zyk.)}$; $R = 0,05$; $\Delta t = 250 \text{ s}$;
 $\epsilon_B = 0,384$; $t_V = 22,9 \text{ h (STEM)}$.

$\sigma \text{ (MPa)}$	Modus	$L_{sk} \text{ (}\mu\text{m)}$
60	mon	$3,2 \pm 0,8$
105	mon	$1,7 \pm 0,3$
123	mon	$1,5 \pm 0,4$
124	zyk	$1,6 \pm 0,3$
125	zyk	$1,4 \pm 0,2$

Tab. 4.3 - Subkorngröße in Proben der Sorte T2.2 .

Diese Werte folgen der üblichen Beziehung zwischen Subkorngröße und angelegter Spannung /90/:

$$L_{sk} = \alpha b G / \sigma \quad (4.2)$$

wobei der Burgersvektor, b , und der Schubmodul, G , in diesem Werkstoff jeweils $0,254 \text{ nm}$ und 50 GPa betragen; der Parameter

α hat einen Wert von 14, der sich in dem normalen Bereich befindet. Aus den Abbildungen 4.56, 4.57 und 4.58 und aus der Tabelle 4.3 geht hervor, daß die Subkornstruktur nicht vom Belastungsmodus abhängt und daß die Subkorngröße in unter zyklischer Beanspruchung verformten Proben durch die obere Spannung bestimmt wird /87,91/, wobei auch andere Werte für den Exponent der Spannung beobachtet werden /91/.

Im Abschnitt 2.1 wurden Fragen der Wechselwirkung zwischen Verformung und Ausscheidung angesprochen. Die experimentellen Beobachtungen in der Literatur gehen hier sehr weit auseinander, und es wurde in diesem Komplex noch kein Konsens erreicht. Im vorherigen Abschnitt wurde bereits erwähnt, daß die intragranuläre Ausscheidung in der Legierung 800 H bei 800°C anscheinend durch Verformung beschleunigt wird. Es wurden aber gleichzeitig Einschränkungen gemacht, die auch für diesen Abschnitt gelten. Die Vergrößerung der $M_{23}C_6$ -Teilchen bei Wärmebehandlungen ohne überlagerte Verformung wurde anhand der Abbildungen 4.45 gezeigt. Diese Vergrößerung wurde auch in dem unverformten Kopf einer Probe festgestellt (Abb. 4.59 a und b). In der verformten Meßlänge werden aber Karbidteilchen beobachtet, deren Größe und Verteilung auf höhere Bildungsrate und Wachstumsgeschwindigkeit in dem verformten Bereich hinweisen. Die überlagerte Verformung hat allerdings keinen Einfluß auf die geometrischen und kristallographischen Beschaffenheiten der Teilchen ausgeübt. Die $M_{23}C_6$ -Teilchen im verformten Bereich sind auch kohärent und haben eine einheitliche Orientierung mit der Matrix, wie die Hell- und Dunkelfeldaufnahmen eines Bereiches (Abb. 4.60 a und b) zeigen. Auch feinere Karbide folgen dieser kristallographischen Beziehung, aber die geringe Intensität im Dunkelfeldmodus erschwert hier die photographische Aufnahme.

Die Ausscheidung der intermetallischen Phase $Ni_3(Al,Ti)$, γ' , wurde in keiner Probe festgestellt.

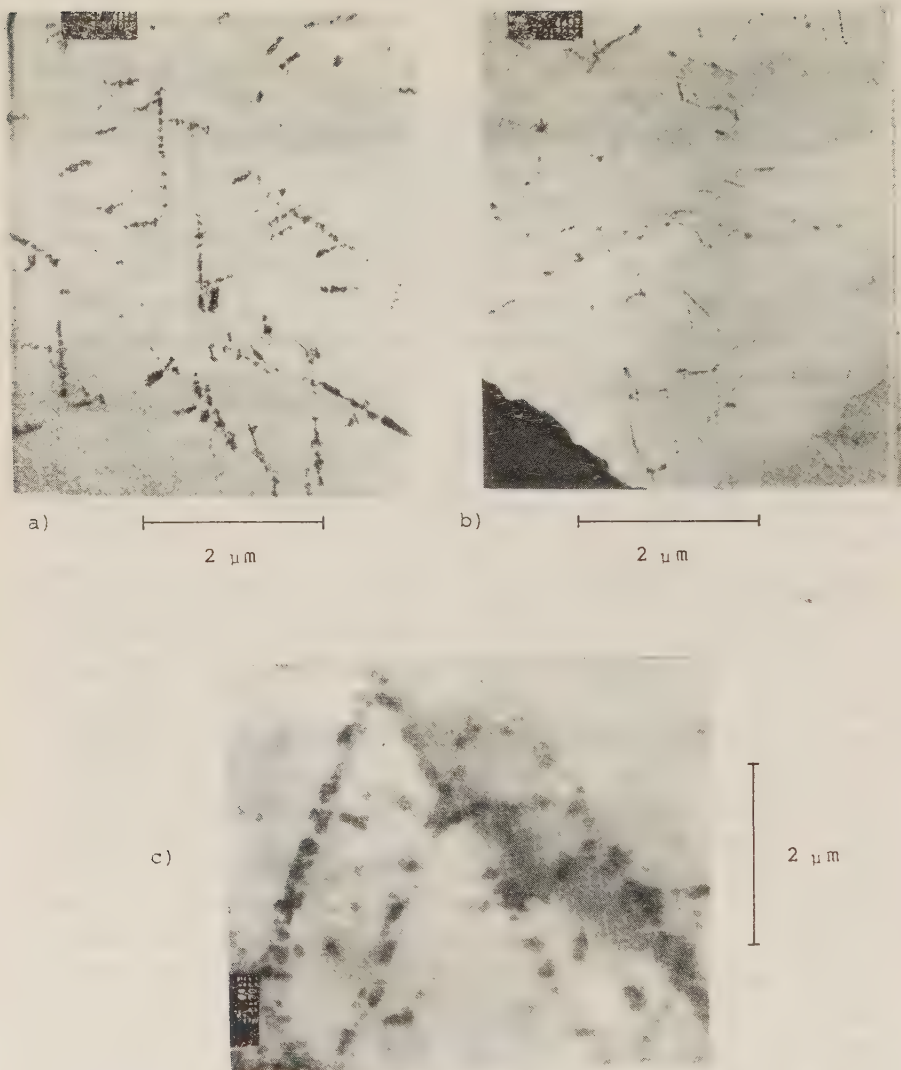


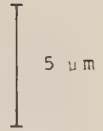
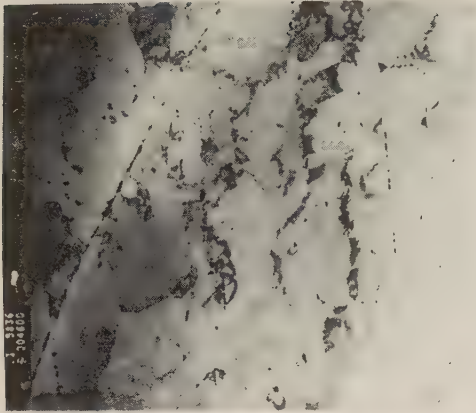
Abb. 4.59 - Vergrößerung der $M_{23}C_6$ -Teilchen (TEM):

a: T2.2;

b: Probenkopf, Probe der Sorte T2.2; $t_V = 24,3$ h;

c: Meßlänge, Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 80$ MPa (mon);
 $\epsilon = 0,05$; $t_V = 24,3$ h.

a)



b)

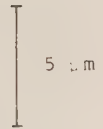


Abb. 4.60 - Ausgeschiedene Teilchen in der Meßlänge einer Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 105$ MPa (mon und zy); $\epsilon_B = 0,374$; $t_V = 64,5$ h (TEM):
a: Hellfeldaufnahme;
b: Dunkelfeldaufnahme.

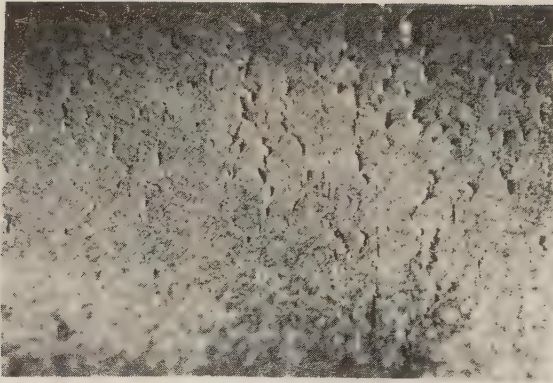
4.3 UNTERSUCHUNG DER BRUCHVORGÄNGE

Die Mantelfläche verformter Proben der Sorte T2.2 zeigt bei Dehnungsgraden bis ca. 0,15 kleine linienförmige Erhöhungen (wie Geschwülste), die meistens senkrecht zur Spannungsachse ausgerichtet sind (Abb. 4.61 a). An einigen Stellen dieser Abbildung zeigt sich, daß diese Erhöhungen kleine Oberflächenrisse abdecken. Bei höheren Verformungsgraden wachsen diese Risse ins Probeinnere hinein (Abb. 4.61 b), wobei das Auseinanderklaffen der Rißufer erst bei Dehnungen von ca. 0,30 (für Proben der Sorte T2.2) bedeutend wird. An einem beliebigen Bereich der Meßlänge erfolgt dieses Wachstum von diesem Verformungsgrad an schneller als in den anderen, die Öffnung der Risse ist auch größer und die Probe weist in jenem Bereich eine deutliche Einschnürung auf. Ähnliche Beobachtungen wurden an verformten Proben der Sorte T2.1 gemacht, wobei die Risse in diesem Falle bereits bei einem Verformungsgrad von 0,15 schneller wachsen. Die Oberflächenrisse bilden sich auch an Proben, die unter reduzierender Atmosphäre verformt werden (Abb. 4.62). Die Rißwachstumsgeschwindigkeit ist allerdings unter diesen Bedingungen kleiner als in Proben, die an Luft verformt werden. Auf der anderen Seite bleibt die Oberfläche von Proben, die neben den Zugproben aber ohne Verformung ausgelagert werden, frei von Erhöhungen und von Rissen. Bei langsam abgekühlten Zugproben (d.h. abgekühlt ohne Druckluftstrom) können an den Rändern der sich öffnenden Risse Formationen beobachtet werden, die den Belichtungsstrahl stark widerspiegeln (Abb. 4.63 a). Die REM-Aufnahmen dieser Bereiche zeigen, daß es sich dabei um dünne Plättchen handelt, die aus dem Inneren der Risse herauswachsen (Abb. 4.63 b und c). Diese Plättchen weisen nach der EDS-Analyse eine große Eisenanreicherung.

Aus Schliffuntersuchungen wird deutlich (Abb. 4.64 a und b), daß die Oberflächenrisse entlang von Korn- oder Zwillingsgrenzen wachsen. Die Schlitze zeigen auch, daß:

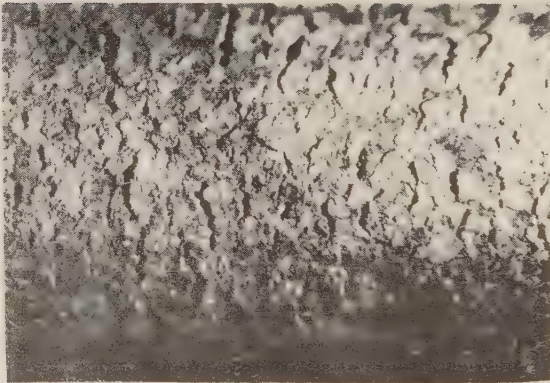
a) die Risse mit verschiedenen Schichten aufgefüllt sind;

a)



2 mm

b)



2 mm

Abb. 4.61 - Risse an der Mantelfläche verformter Proben der Sorte T2.2; Spannungsachse senkrecht zum Vergrößerungsbalken:

a: $\sigma = 58 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon = 0,11$; $t_V = 549,5 \text{ h}$ (LM, schräge Beleuchtung);

b: $\sigma = 104 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon_B = 0,41$; $t_V = 36,7 \text{ h}$ (LM, schräge Beleuchtung).

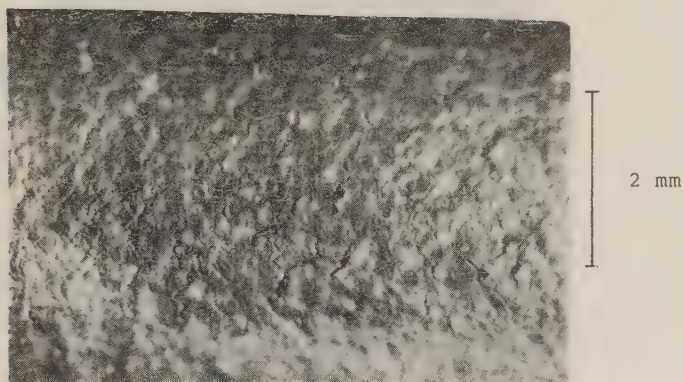


Abb. 4.62 - Risse an der Mantelfläche einer unter reduzierenden Atmosphäre (90% Ar, 10% H₂) verformten Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 125$ MPa (mon); $\epsilon = 0,32$ (LM, schräge Beleuchtung, Spannungsachse senkrecht zum Vergrößerungsbalken).

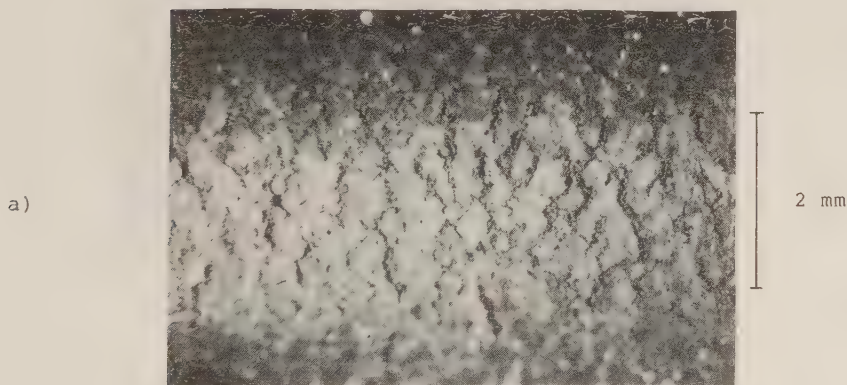
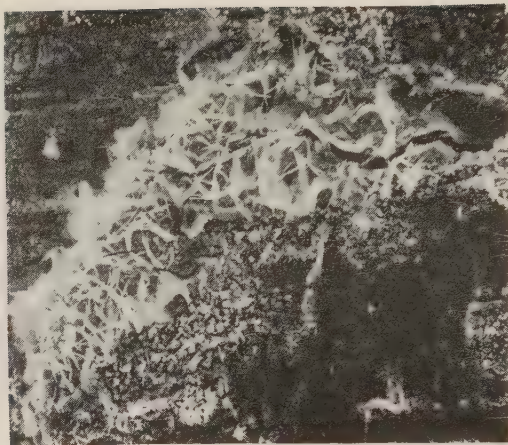


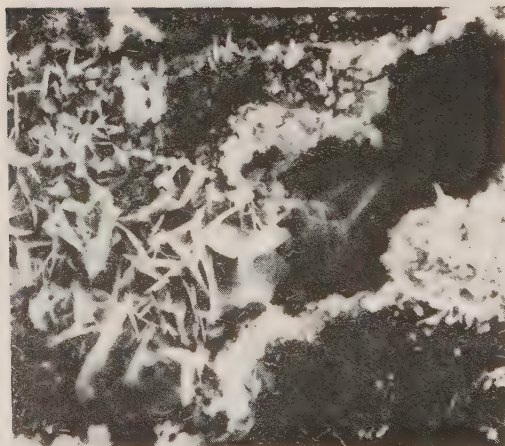
Abb. 4.63 - Formationen an den Rändern der Oberflächenrisse; Proben der Sorte T2.2:
 a: $\sigma = 125$ MPa (mon); $\epsilon = 0,23$; $t_V = 10,25$ h (LM, schräge Beleuchtung, Spannungsachse senkrecht zum Vergrößerungsbalken).

b)



50 μm

c)



20 μm

Abb. 4.63 b und c - $\sigma = 128 \text{ MPa}$ (mon und zyk); $\epsilon_B = 0,37$;
 $t_V = 21,5 \text{ h}$ (REM).

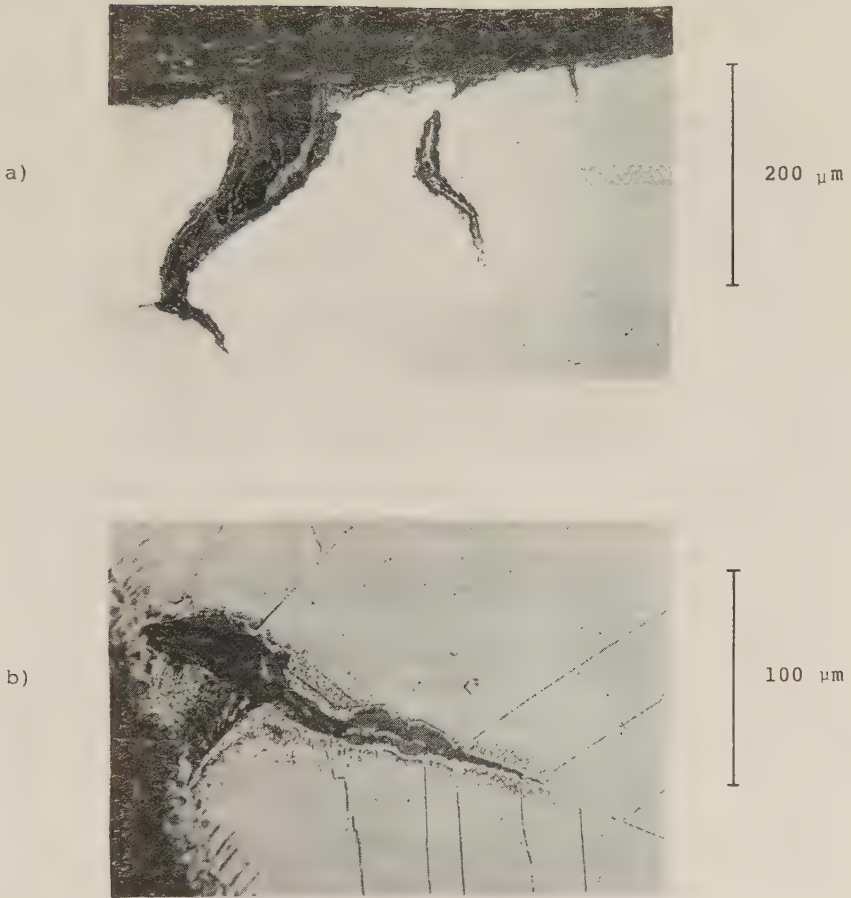


Abb. 4.64 - Oberflächenrisse an verformten Proben:

- a: Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 105 \text{ MPa}$ (mon);
 $\epsilon_B = 0,43$; $t_V = 38,8 \text{ h}$ (Meßlänge, Längenschnitt, LM, ungeätzt);
- b: Probe der Sorte T2.1; $\sigma = 78 \text{ MPa}$ (mon);
 $\epsilon = 0,17$; $t_V = 205,7 \text{ h}$ (Meßlänge, Querschnitt, LM, H_3PO_4 , elektrolytisch).

b) am Rand der Risse und entlang der benachbarten Korn- und Zwillingsgrenzen Korrosionsvorgänge stattfinden.

Auch die Rasterelektronenmikroskopie zeigt den komplexen Aufbau der Schichten auf den Reißflächen, und zwar durch die Unterschiede im Kontrast (Abb. 4.65 a und b) und durch die EDS-Analyse. Die "Geschwülste" über dem Riß auf der Abbildung 4.65 a (Punkt A) weisen als metallische Komponenten überwiegend Eisen und wenig Chrom auf. Der dunkelgraue Bereich in der Mitte des Risses hat eine ähnliche Zusammensetzung (Abb. 4.65 b, Punkt A). Auf den Reißflächen (Punkte B in beiden Abbildungen 4.65) haften hellere Bereiche, die reich an Nickel und Eisen sind. Schließlich gibt es einen letzten, dunklen Bereich, der im Vergleich zur Matrix eine große Chromanreicherung zeigt (Punkte C in beiden Abbildungen 4.65).

Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen zeigen einen eindeutigen interkristallinen Charakter am Rande der Probe (Abb. 4.66). Dieser (meistens asymmetrische) Bereich umfaßt die ganze Probe in ihrer Einschnürung und entsteht durch das Zusammenwachsen verschiedener Oberflächenrisse. Die EDS-Analyse dieser Bereiche zeigt eine große Eisenanreicherung. Das Wachstum der Risse im Einschnürungsbereich erniedrigt kontinuierlich die tragende Restfläche, und im letzten Schritt des gesamten Bruchmechanismus versagt dieser Bereich in einem duktilen Bruchmodus (Abb. 4.67). Es bilden sich örtliche Einschnürungen um harte Teilchen: In der Abbildung 4.67 a können Chromkarbidteilchen, in der Abbildung 4.67 b ein primäres Titankarbonitridteilchen gesehen werden. Qualitativ besteht kein Unterschied zwischen den Bruchflächen monoton und zyklisch verformter Proben. In Proben, die bei niedrigen Spannungen bis zum Bruch verformt wurden, konnte an vereinzelt Stellen ein keilförmiges Aufreißen von Korngrenzen beobachtet werden, das unabhängig von den Oberflächenrissen stattfindet. Mit sinkender Kriechgeschwindigkeit übernimmt dieser Mechanismus eine wichtigere Rolle /92/, aber in dem hier untersuchten Spannungsbereich liefert er keinen wesentlichen Beitrag.

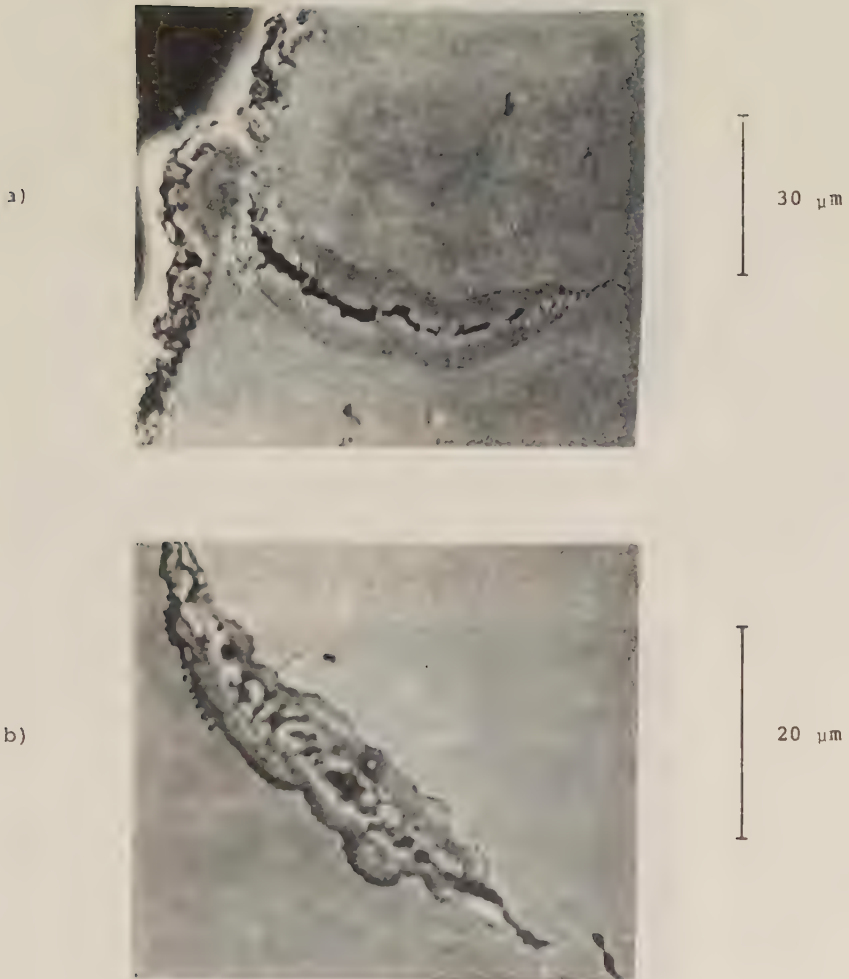


Abb. 4.65 - Oberflächenrisse an Proben der Sorte T2.2:

a: $\sigma_1 = 124 \text{ MPa}$; $\sigma_2 = 80 \text{ MPa (mon)}$; $\epsilon = 0,11$;
 $t_V = 48 \text{ h}$ (Meßlänge, Längeschnitt, REM, ungeätzt);

b: $\sigma = 105 \text{ MPa (mon)}$; $\epsilon_B = 0,43$; $t_V = 38,8 \text{ h}$
(Meßlänge, Längeschnitt, REM, ungeätzt).

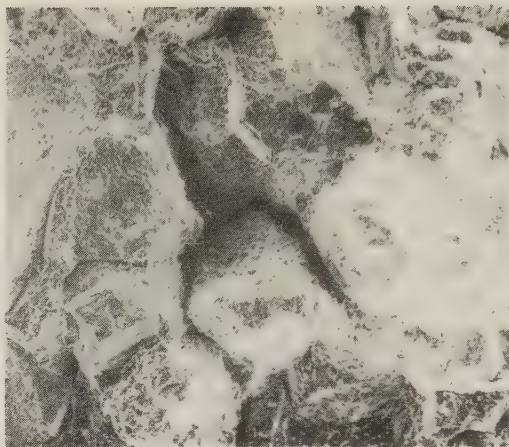


Abb. 4.66 - Bruchfläche einer Probe der Sorte T2.2; $\sigma = 105 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon_B = 0,43$; $t_V = 38,8 \text{ h}$ (REM).

a)

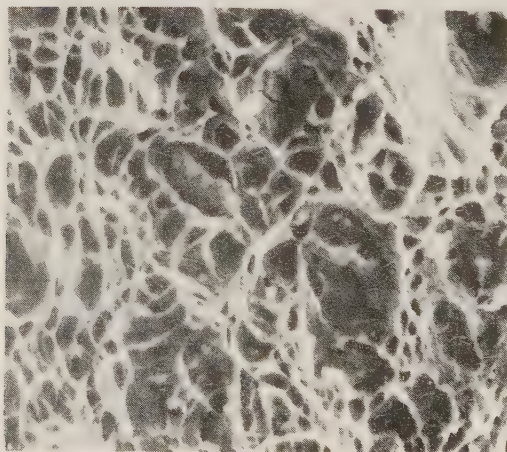
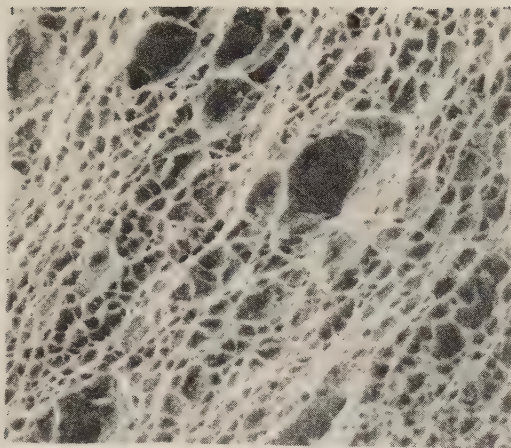


Abb. 4.67 - Bruchflächen von Proben der Sorte T2.2:
a: $\sigma = 105 \text{ MPa}$ (mon); $\epsilon_B = 0,43$; $t_V = 38,8 \text{ h}$ (REM)

b)



30 μm

Abb. 4.67 b - $\sigma = 76 \text{ MPa (mon)}$; $\varepsilon_B = 0,39$; $t_V = 285 \text{ h (REM)}$.

5 DISKUSSION DER EXPERIMENTELLEN ERGEBNISSE

5.1 BESTIMMUNG DER WEITREICHENDEN INNEREN RÜCKSPANNUNGEN

Seitdem der "dip-test" als Meßmethode für die inneren Rückspannungen in verformten Kristallen Ende der sechziger Jahre vorgeschlagen wurde, erfuhr er sowohl rege Annahme als auch heftigen Widerspruch /50/. Die Auswertung dieser Spannungsreduktionsversuche wurde von Blum und Finkel /50/ verbessert, indem sie die Bestimmung der inneren Rückspannungen auf der inelastischen Rückdehnung basieren statt auf der Kriechgeschwindigkeit, die unmittelbar nach der Entlastung einsetzt. Diese Methode wurde bereits mit Erfolg an verschiedenen Werkstoffen angewandt /45/.

Die verbesserte Methode basiert auf der Differenz der maximalen und der momentanen Rückdehnung, die nach einer Spannungsreduktion beobachtet werden. Aus der Auftragung der momentanen Rückdehnung über der Entlastungsamplitude erhält man einen effektiven Wert des Elastizitätsmoduls, E' (Abschn. 4.1.1.4). Dieser Wert ist meistens kleiner als der dynamische Elastizitätsmodul. Der Grund dafür liegt darin, daß Beiträge von inelastischen, schnell ablaufenden Vorgängen als Teil der momentanen Rückdehnung miterfaßt werden; Dehnungsbeiträge dieser Art entfallen bei der dynamischen Bestimmung des Elastizitätsmoduls. Die Streuung der E' -Werte, die aus verschiedenen Messungen innerhalb eines Versuches erhalten werden, beträgt in der Regel $\pm 2\%$ und ist somit verhältnismäßig gering. Zwischen Werten aus unterschiedlichen Reihen von Messungen können allerdings größere Streuungen auftreten. Diese sind auf systematische Fehler zurückzuführen, wie z.B. Verkippen der Probe im Bereich von Winkelminuten /93/, die praktisch unvermeidbar sind. In der an dieser Arbeit verwendeten Apparatur sind die Ursachen für systematische Fehler weitgehend beseitigt. Die oben genannten Verkippen wurden zwar minimiert (Abschn. 3.2.2 und 3.2.3), können aber nicht vollständig eliminiert werden. Wichtig ist jedoch, daß diese Verkippen das Endergebnis der Methode, den Wert von σ_i , nicht verändern,

denn sowohl die momentane als auch die maximale Rückdehnung schließen den gleichen Beitrag ein, so daß in der Auftragung über der Entlastungsamplitude beide Kurven lediglich gesichert werden. Auf der anderen Seite bleiben zwei Fragen noch unzureichend geklärt:

- a) zum einen die Frage nach der Beeinflussung des Ergebnisses durch die Laständerungsgeschwindigkeit. Diese Frage hängt mit dem Ablauf der anelastischen Vorgänge zusammen, denn ihr Beitrag kann unterschiedlich aufgespalten werden;
- b) zum anderen die Frage danach, ob der gemessene Wert von σ_i mit dem Parameter σ_b des Strickmodells (innere Rückspannung im weichen Bereich, s. Abschn. 2.3) identifiziert werden darf.

Die Lösung dieser Fragen bedarf weiterer Untersuchungen, die im Rahmen laufender Arbeiten durchgeführt werden. Wir gehen aber davon aus, daß der Parameter σ_i zumindest einen wertvollen Vergleich unterschiedlicher Werkstoffe liefern kann /45/. Anhand dieses Vergleiches wird in den folgenden Abschnitten die erweiterte Form des Strickmodells auf die teilchengehärtete Legierung 800 H angewandt. Ein wesentlicher Punkt dabei ist, daß die untersuchten Proben dieses Werkstoffes faktisch innere Rückspannungen aufweisen: Diese inneren Spannungen sind für die Bewegung von freien Versetzungen im Subkorninneren verantwortlich, die die bei Entlastungen beobachteten Rückdehnungen (Abschn. 4.1.1.4 und 4.1.2.1) verursachen. Die Bedeutung von inneren Spannungen wurde bereits mehrfach in der Literatur diskutiert, sowohl für monotone /37/ als auch für zyklische Verformung /39/.

Die Bestimmung der weitreichenden inneren Spannung, σ_i , in Aluminium nach Kriechverformung bei 123°C liefert das Ergebnis /45/, daß σ_i näherungsweise 50% der angelegten Spannung beträgt. Der gleiche Wert von σ_i wurde für die Legierung Al - 11 Gew.% Zn nach Kriechverformung bei 250°C ermittelt /45,50/; bei dieser Temperatur ist die Mischkristallhärtung in dieser Legierung sehr gering, so daß ihr Verhalten dem eines

reinen Stoffes ähnelt. In diesen beiden Untersuchungen wiesen die Proben eine gut entwickelte Subkornstruktur auf. Dies erlaubt die Anwendung der theoretischen Vorstellungen, die im Abschnitt 2.3 zusammengefaßt wurden: Das Subkorninnere wird als ein weicher Bereich betrachtet, die Subkorngrenze dagegen als ein harter Bereich. Die Spannung im Subkorninneren kann in eine thermische und eine athermische Komponente aufgeteilt werden /94/. Bei hohen Temperaturen ist die thermische Komponente in reinen Metallen klein. Die athermische Komponente setzt sich aus dem Beitrag der Versetzungen im Subkorninneren, σ_p , und aus dem Beitrag der Subkorngrenzen, σ_b , zusammen. Es wird angenommen, daß dieser Beitrag gleich der Größe ist, die mit der modifizierten "dip-test" Methode ermittelt wird: $\sigma_i = \sigma_b = 0,5\sigma$ /45/. Schematisch wird diese Aufteilung in der Abbildung 5.1 a dargestellt, wobei in erster Näherung die lineare Additivität dieser Beiträge angenommen wird.

Aus Spannungswechselversuchen mit Proben der Legierung 800 H bei 800°C wurde der Betrag von σ_i als 80% der angelegten Spannung gemessen (Abschn. 4.1.1.4). Orlová und Čadek /86/ erhielten aus "dip test"-Messungen an einer Legierung des Typs 800 im Temperaturbereich 700°C-900°C Werte für σ_i , die zwischen 65% und 80% der angelegten Spannung liegen. Dieses im Vergleich zu reinen Metallen erhöhte Verhältnis kommt dadurch zustande, daß die nicht-schneidbaren Teilchen in dieser Legierung einen Beitrag zur inneren Spannung liefern (Abschn. 2.2). Die schematische Aufteilung der Spannungskomponenten wird in der Abbildung 5.1 b auch unter der Annahme von linearer Additivität dargestellt. Dabei wird angenommen, daß die thermische Komponente bei der hohen Temperatur klein ist. Die athermische Komponente setzt sich aus dem Teilchenhärtungsbeitrag, σ_T /95/, dem Beitrag der Versetzungsstruktur im Subkorninneren, σ_p , und dem Beitrag der Subkorngrenzen, σ_b , zusammen. Die wesentliche Frage ist nun, welche Spannungsbeiträge von der Meßgröße σ_i erfaßt werden. σ_i hängt mit der Rückdehnung, die nach einer Entlastung beobachtet wird, zusammen. σ_i muß also zumindest die Beiträge der Teilchenstruktur und der Subkorngrenzen einschließen, denn diese sind für jene Rückdehnung

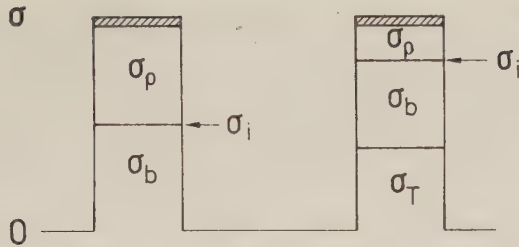


Abb. 5.1 - Aufteilung der Spannung im Subkorninneren in eine thermische (schraffiert) und eine athermische Komponente:

a: reines Metall;

b: teilchengehärteter Werkstoff.

verantwortlich. Der Anteil von anelastischen Vorgängen während der Entlastung ist aber groß: Darauf weist die Tatsache hin, daß der dynamische Wert des Elastizitätsmoduls größer ist als der statische (Abschn. 4.1.1.4). Da die rasche anelastische Rückdehnung wahrscheinlich überwiegend von den Versetzungen im Subkorninneren getragen wird, ist anzunehmen, daß σ_i nur einen kleinen σ_ρ -Beitrag umfaßt. Eine genaue Quantifizierung dieses Beitrages ist jedoch noch nicht möglich. Wir werden hier als Arbeitshypothese diesen Anteil vernachlässigen und nehmen näherungsweise an:

$$\sigma_i = \sigma_b + \sigma_T \quad (5.1)$$

Im Abschnitt 2.3 wurden die Grundlagen des Strickmodells für die Kriechverformung von reinen Metallen vorgestellt. Die Erweiterung dieses Modells für das Kriechverhalten teilchengehärteter Legierungen wurde im Abschnitt 2.4 formuliert. Die Schwierigkeiten bei der quantitativen Erfassung des Teilchengärtungsbeitrages, σ_T , wurden im Abschnitt 2.2 diskutiert. Im Falle der Legierung 800 H ist die Bestimmung dieses Beitrages sogar durch eine Orowansche Gleichung /27/ nicht trivial, denn die Verteilung der Karbide im Korninneren ist sehr heterogen

und ihr Habitus ist nicht einfach (Abschn. 4.2.3 und 4.2.4). In dieser Arbeit haben wir σ_T als Anpassungsparameter behandelt und auf eine sorgfältige stereologische Auswertung der Karbidstruktur verzichtet. Im folgenden werden die experimentellen Befunde, die im Kapitel 4 dargestellt wurden, anhand der Grundgleichungen des Strickmodells (Gl. 2.10) diskutiert.

5.2 MONOTONES KRIECHEN

5.2.1 GEFÜGEÄNDERUNGEN WÄHREND MONOTONER KRIECHVERFORMUNG

Das Gefüge der Legierung 800 H unmittelbar vor dem Beginn eines Kriechversuches wurde in den Abbildungen 4.39 und 4.44 vorgestellt: Die Versetzungsdichte ist gering, die Ausscheidung von Karbiden erfolgt an Korngrenzen, an inkohärenten Zwillingsgrenzen und im Korninneren an den vorhandenen Versetzungen. Im Laufe eines Kriechversuches ändert sich das Gefüge des Werkstoffs: Durch die Belastung erhöht sich die Versetzungsdichte schlagartig (Abb. 4.50). Diese Versetzungen bilden mit fortschreitender Verformung Subkorngrenzen (Abb. 4.53 bis 4.58), wobei der für den Aufbau von Subkorngrenzen nötige Verformungsgrad mit abnehmender Spannung (und daher abnehmender Kriechgeschwindigkeit) abnimmt (Abschn. 4.2.4.2). Die Entwicklung der Teilchenstruktur bedarf einer detaillierteren Analyse. Die Karbidausscheidung ist nach dem Aufheizen auf die Versuchstemperatur (T_2) noch keineswegs abgeschlossen. Selbst Wärmebehandlungen, die ohne überlagerte Verformung von diesem Punkt ab durchgeführt werden, bewirken sowohl das Wachstum bereits ausgeschiedener Karbide als auch die Ausscheidung neuer Teilchen an Korn- und Zwillingsgrenzen und im Korninneren. Dies ergibt sich aus dem Vergleich von LM-Aufnahmen (Abb. 4.39 und 4.48 b bzw. 4.49 a) und TEM-Aufnahmen (Abb. 4.45 a/b und c/d). Die Ausscheidung neuer Karbidteilchen im Korninneren erfolgt möglicherweise nach einem autokatalytischen Mechanismus (Abschn. 4.2.3). Während Kriechverformung muß daher der Volumenanteil von ausgeschiedenen Karbiden, f_V , weiter wach-

sen. Die Frage ist aber, ob die Ausscheidungskinetik, d.h. die zeitliche Änderung von f_V aufgrund der Keimbildung und des Wachstums von Karbiden, durch die Überlagerung von Wärmebehandlung und Kriechverformung beeinflusst wird. Bisherige Arbeiten führen in diesem Punkt zu sehr unterschiedlichen Ergebnissen. Berge et al. /73/ berichten über eine feinere intragranulare Ausscheidung (kleineren Teilchenabstand) von $M_{23}C_6$ -Karbiden in Proben der Legierung 800 H unter Spannung und bei Temperaturen bis 850°C. In Stählen des Typs 316 wurde kriechinduzierte Ausscheidung von $M_{23}C_6$ -Karbiden im Temperaturbereich 600°C - 800°C /23/ und 600°C - 700°C /96/ festgestellt. Der gleiche Effekt wurde von Keown /97/ in einem einfachen austenitischen Stahl beobachtet. Im allgemeinen wird eine kriechinduzierte Ausscheidung von Karbiden in austenitischen Stählen, die im lösungsgeglühten Zustand untersucht werden, erwartet /24/. Auf der anderen Seite stellen Villagrana et al. /98/ eine Beschleunigung der Ausscheidung von $Cr_{23}C_6$ in der Legierung 800 H bei Temperaturen bis 650°C fest; bei 760°C wird dieser Effekt nur in geringerem Ausmaße beobachtet. Es muß allerdings bemerkt werden, daß nach ihren Ergebnissen der ausgeschiedene Volumenanteil bei 760°C (im Gegensatz zu den Ergebnissen bei niedrigeren Temperaturen) mit zunehmender Versuchszeit abnimmt, so daß diese Aussage über eine Abschwächung des Effektes mit einer gewissen Unsicherheit behaftet ist. Gleichzeitig stellen die Autoren eine Beschleunigung der Ausscheidung von $Ti(C,N)$ unter Belastung und bei 760°C fest, wobei hier der Volumenanteil der ausgeschiedenen Karbonitridteilchen erwartungsgemäß mit ablaufender Zeit zunimmt. Orlová und Čadek /86/ beobachteten in bei 800°C verformten Proben der Legierung 800 H den gleichen mittleren Teilchendurchmesser wie in nicht verformten, bei gleicher Temperatur ausgelagerten Proben und gleichzeitig eine größere Anzahl von Teilchen pro Volumeneinheit in der verformten Probe. Diese Abnahme des ausgeschiedenen Volumenanteils aufgrund angelegter Spannung wird von den Autoren nicht kommentiert. In der vorliegenden Arbeit wurde keine ausführliche stereologische Untersuchung der Teilchenstruktur unternommen. Allerdings gibt der Ver-

gleich von LM-Aufnahmen der verformten Meßlänge und des unverformten Probenkopfs (Abb. 4.48 a und b) Anlaß zu der Vermutung, daß sich die intragranuläre Ausscheidung im verformten Bereich in einem fortgeschrittenerem Stadium befindet. Das gleiche Ergebnis wird aus den TEM-Untersuchungen erhalten: Die während des Aufheizens, an allen vorhandenen Versetzungen ausgeschiedenen Karbide (Abb. 4.59 a) wachsen im Probenkopf während des Versuches (Abb. 4.59 b), ohne daß die Anzahl von Teilchen sich deutlich ändert. In der Meßlänge der gleichen Probe dagegen, scheint es zu weiterer Keimbildung gekommen zu sein, und die Wachstumsgeschwindigkeit scheint in diesem Bereich größer zu sein. Thermodynamisch gesehen ist die Übersättigung in allen Bereichen der Probe am Anfang des Kriechversuches gleich, so daß im Gleichgewicht bei 800°C der gleiche Volumenanteil von ausgeschiedenen Karbiden erreicht wird. Die Anwesenheit einer höheren Versetzungsdichte kann allerdings eine Beschleunigung der Keimbildung (neue Keimplätze an den frisch erzeugten Versetzungen) und der Wachstumsgeschwindigkeit (erhöhter Diffusionsfluß entlang der Versetzungslinien) verursachen /20,22,24/. Unsere metallographischen Untersuchungen deuten daraufhin, daß dies hier der Fall ist. Für eine gesicherte Aussage ist eine sorgfältige stereologische Untersuchung erforderlich (Abschn. 4.2.4.1 und 4.2.4.2). Sollte aber die Versetzungsstruktur die Ausscheidung beeinflussen, würde sich dies auf das Kriechverhalten auswirken (vgl. Abschn. 5.2.1.1 bis 5.2.1.3).

Die beobachteten Gefügeänderungen sind also:

- a) Erzeugung von Versetzungen während und kurz nach der Belastung;
- b) Bildung von Subkorngrenzen;
- c) Wachstum der während des Aufheizens ausgeschiedenen Karbidteilchen;
- d) Keimbildung und Wachstum von neuen Karbidteilchen während Kriechverformung;

wobei der Punkt (d) nicht eindeutig bewiesen werden konnte.

Einige dieser Gefügeänderungen bewirken Verfestigung, andere Entfestigung der Proben: Die frisch erzeugten Versetzungen reagieren unter sich und mit den ausgeschiedenen Karbiden (Abb. 4.51 und 4.52), beide Effekte wirken sich verfestigend aus. Die Bildung von Subkorngrenzen trägt auch zur Verfestigung des Werkstoffs bei /34,54/, wobei Gleitvorgänge in den Subkorngrenzen zur Entfestigung beitragen können /46/. Auf der anderen Seite führt das Wachstum der Karbidteilchen in einem späten Stadium der Ausscheidung zu einer Zunahme des Teilchenabstandes und wirkt sich somit entfestigend aus /27/. Schließlich ist die kriechinduzierte Ausscheidung von Karbidteilchen auch ein Verfestigungsvorgang, denn diese Teilchen behindern die Versetzungsbewegung. In einer späteren Phase wachsen diese Teilchen auch, die Verfestigung schlägt in Entfestigung um.

Das Kriechverhalten eines Werkstoffs wird durch das Zusammenspiel dieser Ent- und Verfestigungsvorgänge bestimmt. In einphasigen Werkstoffen sind diese Vorgänge auf Versetzungsmechanismen zurückzuführen, wobei die Mischkristallhärtung eine wichtige Rolle spielen kann /37/. In zwei- und mehrphasigen Werkstoffen kommen andere Mechanismen ins Spiel. Wir beschränken uns hier auf zweiphasige Werkstoffe, deren zweite Phase in Form von wachstumsfähigen Teilchen erscheint. Eine bereits vollständig ausgeschiedene Karbidstruktur behindert die Versetzungsbewegung /27/. Die Vergrößerung dieser Teilchenstruktur führt aber zu einer zeitlich bedingten Entfestigung des Werkstoffs. Läuft der Entfestigungsvorgang noch während der Kriechverformung ab, spiegelt sich dies in einer stetigen Zunahme der Kriechgeschwindigkeit wider /99/. Im allgemeinen ist der Effekt eines zeitabhängigen Entfestigungsvorgangs umso stärker, je geringer die Kriechgeschwindigkeit ist /34/. Wenn sich aber das Teilchenwachstum bereits vor dem Versuchsbeginn in einem fortgeschrittenen Stadium befindet, wird es während des Versuches kaum zu weiterer Entfestigung kommen. Gegebenenfalls kann die vergrößerte Teilchenstruktur so sehr an Bedeutung verlieren, daß der Werkstoff sich wie ein einphasiges Material verhält: Schepp /54/ zeigte, daß langfristig ausgelagerte Proben von Inconel 617 das Verhalten von mischkristall-

gehärteten Legierungen der Klasse II aufweisen. Die letzte der oben genannten Gefügeänderungen, die kriechinduzierte Karbidausscheidung, wirkt sich zunächst verfestigend, später entfestigend aus. Es wurde bereits erwähnt, daß die Ausscheidungskinetik durch die Versetzungsstruktur beeinflusst werden kann. Wenn dies der Fall ist, wird der Beitrag dieses Vorganges zur Verfestigung von der Versetzungsstruktur (und daher von der angelegten Spannung) abhängen. In den folgenden drei Abschnitten wird das Kriechverhalten der Legierung 800 H bei 800°C anhand des Zusammenspiels von Ver- und Entfestigungsvorgänge analysiert. Der Klarheit halber führen wir diese Analyse in drei Aspekten aus:

1. Die Form der Kriechkurven (insbesondere bei kleinen Verformungsgraden).
2. Der Einfluß der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten.
3. Spannungswechselversuche.

Unser wichtigstes Ziel dabei ist, aus der Analyse des Kriechverhaltens der Legierung einen indirekten Beweis für die kriechinduzierte Karbidausscheidung zu erhalten.

5.2.1.1 Form der Kriechkurven

In dieser Arbeit werden die Ergebnisse aus Kriechversuchen in zwei Auftragungen wiedergegeben: $\epsilon \times t$ und $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$. Die Auftragung der Verformung über der Zeit, $\epsilon \times t$, ist eine weit verbreitete, naheliegende Darstellungsform, aus der wichtige Kenngrößen wie Bruchdehnung und Bruchzeit leicht erhalten werden. Für eine Untersuchung der Verformungsmechanismen reichen jedoch diese Kenngrößen nicht aus, vielmehr muß der Verlauf der Kriechkurven unter gewissen Randbedingungen analysiert werden. Hierfür sind die Kurven des Typs $\epsilon \times t$ nicht geeignet, denn sie erlauben weder eine übersichtliche Darstellung von Kriechkurven in einem breiten Spannungsspektrum (vgl. z.B. Abb. 4.3 a bis c) noch eine Darstel-

lung mit hoher Dehnungsauflösung von ganzen Kriechkurven. Eine Auftragung der Dehnung über dem Logarithmus der Zeit vermag zwar eine bessere Übersichtsdarstellung von einer Versuchsreihe zu geben, leidet aber unter der gleichen geringen Dehnungsauflösung. Die Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ stellt die Ergebnisse in beiden Hinsichten besser dar /100/ (vgl. z.B. Abb. 4.4): Eine Reihe von Versuchen wird in einem Bild wiedergegeben, und die Ableitung der Verformung nach der Zeit ermöglicht die Untersuchung von Kriechkurven, die sich in der üblichen Darstellung $\epsilon \times t$ wenig unterscheiden.

Kriechkurven aus Versuchen an Proben der Legierung 800 H bei 800°C weisen in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ bei Verformungsgraden kleiner als 0,05 einen von folgenden zwei Verlaufstypen auf:

- a) die Kriechgeschwindigkeit nimmt kontinuierlich ab, durchläuft ein Minimum und steigt an (T2.1, $\sigma < 120$ MPa, T2.2, $\sigma < 60$ MPa; T4.2, $\sigma < 75$ MPa);
- b) die Kriechgeschwindigkeit nimmt zunächst rasch ab, bildet ein Plateau, in dem ihre Änderungen kleiner sind oder ausbleiben, und nimmt wieder ab (T2.2, $\sigma > 100$ MPa; T4.2, $\sigma > 115$ MPa).

Aus dem Vergleich von Kriechkurven bei verschiedenen Spannungen an Proben der gleichen Sorte, die ein Minimum (Abb. 4.2) oder ein Plateau (Abb. 4.4) aufweisen, kann folgendes gesagt werden:

i) über das Minimum:

- i.a) der Verformungsgrad, bei dem die minimale Kriechgeschwindigkeit, $\dot{\epsilon}_{\min}$, erreicht wird, nimmt mit abnehmender Spannung (und daher abnehmender $\dot{\epsilon}$) ab;
- i.b) die Zeitspanne bis zum Erreichen des Minimums nimmt mit abnehmender Spannung zu (in der Abbildung 4.2 von 2,8 h bis 20 h);
- i.c) der Unterschied zwischen der minimalen Kriechgeschwindigkeit und dem Wert bei einem größeren Verformungsgrad (bei

dem ϵ sich wenig ändert) nimmt mit abnehmender Spannung zu.

ii) über das Plateau:

- ii.a) der Verformungsgrad, der dem mittleren Punkt des Plateaus entspricht, nimmt mit abnehmender Spannung ab;
- ii.b) die Zeitspanne bis zum Erreichen jenes Punktes nimmt mit abnehmender Spannung zu (in der Abbildung 4.4 von 10 min bis 36 min).

Das Minimum in der Kriechgeschwindigkeit spiegelt einen Übergang von dominierender Verfestigung auf dominierende Entfestigung wider. Die Lage des Minimums hängt somit nicht nur von der Kinetik des Entfestigungsvorganges (hier der Vergrößerung der Teilchenstruktur) ab, sondern auch von der zeitlichen Entwicklung der verformungstragenden Versetzungsstruktur und von der Kinetik der kriechinduzierten Karbidausscheidung, denn beide bestimmen die Verfestigung des Werkstoffs. Zwei Fälle müssen unterschieden werden:

- a) bei hohen Spannungen (z.B. 117 MPa, Abb. 4.2) läuft die Verformung so schnell ab, daß die Entfestigung innerhalb der ersten Dehnung von 0,03 gering ist. Diese Entfestigung ergibt sich aus der Vergrößerung der feinsten Teilchen der Karbidstruktur, bei denen die Erhöhung der freien Enthalpie aufgrund des Verhältnisses Oberfläche/Volumen, und daher auch die Triebkraft für die Ostwald-Reifung /22,202/, am größten ist. Andererseits wird durch hohe Spannungen das Überwinden von Hindernissen durch Versetzungen erleichtert /102/. Das Minimum wird somit in kurzer Zeit erreicht, die allerdings wegen der hohen Kriechgeschwindigkeit zu einem großen Dehnungsgrad führt. Die gesamte Entfestigung der Teilchenstruktur in dem anfänglichen Verformungsintervall ($\epsilon < 0,05$) ist gering, so daß die Zunahme der Kriechgeschwindigkeit nach dem Minimum klein ausfällt;

- b) bei niedrigeren Spannungen (z.B. 58 MPa, Abb. 4.2) läuft die Verformung langsamer ab. Das Überwinden von Hindernissen durch die Versetzungen ist schwieriger, die Entfestigung bis zum Minimum in der Kriechgeschwindigkeit muß größer sein, und daher ist das Zeitintervall bis zum Minimum größer als im oberen Fall. Wegen der geringeren Kriechgeschwindigkeit erreicht aber die Probe in dieser Zeitspanne eine kleinere Dehnung. Die gesamte Entfestigung des Werkstoffs in dem anfänglichen Verformungsbereich ($\epsilon < 0,05$) fällt deutlich größer aus.

Das Plateau in den Kriechkurven bei kleinen Dehnungen ist auf einen Entfestigungsvorgang zurückzuführen, der wie das Minimum mit der Karbidstruktur verbunden ist. Anzeichen hierfür ist das Verschwinden dieses Plateau nach thermischer Vorbehandlung der Proben (Abb. 4.6; vgl. Abschn. 5.2.1.2). Es muß allerdings beachtet werden, daß die hier betrachteten Ereignisse sich in Zeitintervallen von hinunter bis 10 Minuten abspielen, die nur geringfügige Änderungen der Teilchenstruktur erlauben. Formell entspricht dieses Plateau in einem Zugkriechversuch einer ausgeprägten Streckgrenze in einem dynamischen Zugversuch mit konstanter Verlängerungsgeschwindigkeit. In Anlehnung dazu bieten sich zwei mögliche Erklärungen an /103/:

- a) die sehr steile Abnahme von $\dot{\epsilon}$ unmittelbar nach der Belastung (Abb. 4.4) wird hier auf die Verankerung der frisch erzeugten Versetzungen durch sehr feine Karbidteilchen, die sich an diesen Versetzungen ausscheiden. Eine beachtliche Anzahl der beweglichen Versetzungen kommt deshalb zum Stillstand. Diese sehr feine Gruppe von Teilchen ist in der Lage, ihre Größenverteilung rasch zu ändern ohne dabei die gesamte Teilchenstruktur bedeutend zu modifizieren. Die blockierten Versetzungen könnten sich dann, unterstützt durch die hohe Spannung und infolge des abnehmenden Widerstandes der Teilchenstruktur, losreißen und wieder zur Verformung beitragen. Die im weiteren Verlauf eintretende Abnahme der Kriechgeschwindigkeit ist auf andere verfesti-

gende Vorgänge zurückzuführen, wie z.B. die Bildung von Subkorngrenzen;

- b) die alternative Erklärung geht gleichfalls von der Verankerung der frisch erzeugten Versetzungen durch weitere ausgeschiedene Karbidteilchen aus. Statt aber das Losreißen dieser Versetzungen vorauszusetzen, postuliert sie die Erzeugung neuer Versetzungen, die zur weiteren Verformung beitragen (Multiplikationsstreckgrenze). Die anschließende Verfestigung wäre wie in (a) zu erklären.

Die oben formulierten Hypothesen postulieren die Verankerung beweglicher Versetzungen durch (kriechinduzierte) Karbidausscheidung. Diese Art von Ausscheidung muß sich auch bei niedrigeren Spannungen abspielen. Allerdings befindet sich bei niedrigen Spannungen die Probe dann noch im Bereich starker Verfestigung, so daß die Kriechkurve für 58 MPa ohne Instabilität bis zum Minimum abläuft. Demnach können zwei Gruppen von Kriechkurven in der Abbildung 4.4 identifiziert werden: Eine Gruppe, die aus Versuchen bei höheren Spannungen erhalten wird, weist ein deutliches Plateau nach 10 bis 30 Minuten Versuchszeit auf; eine andere, die Kriechversuchen bei niedrigeren Spannungen zuzuordnen ist, zeigt ein deutliches Minimum nach ca. 15 Stunden Versuchszeit. Dazwischen aber liegt eine Kurve für 77 MPa, die eine Instabilität in dem abfallenden Ast nach einer Stunde Versuchszeit erkennen läßt. Für Proben der Sorte T2.2 zeichnet sich also im Spannungsbereich um 80 MPa ein Übergang zwischen Kriechkurven mit einem Plateau und mit einem Minimum ab, wobei die entsprechenden Versuchszeiten bzw. Dehnungen mit abnehmender Spannung zu- bzw. abnehmen.

Die in diesem Abschnitt durchgeführte Diskussion basiert auf einer qualitativen Beschreibung der ver- und entfestigenden Vorgänge im anfänglichen Dehnungsbereich ($\epsilon < 0,05$). Eine quantitative Beschreibung dieses Bereiches ist außerordentlich schwierig: Außer der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und zwischen Versetzungen und (vor dem Versuchsbeginn ausgeschiedenen, im Laufe des Versuches wachsenden) Teilchen muß die kriechinduzierte Ausscheidung von Karbidteilchen und deren

Vergrößerung berücksichtigt werden. Die hier unterbreitete Erklärung ist ein in sich geschlossener Ansatz und könnte den Weg zu einer semi-quantitativen Beschreibung aufzeigen.

Für die Auslegung von Bauteilen ist meistens das Kriechverhalten bei geringen Dehnungen maßgebend. Es wurde hier gezeigt, daß der Verlauf der Kriechkurven sich in diesem Bereich mit abnehmender Spannung ändert. Anhand einer doppellogarithmischen Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der angelegten Spannung können deswegen keine konkrete Aussagen über den Verformungsmechanismus gemacht werden, denn diese Werte werden möglicherweise durch unterschiedliche Vorgänge bestimmt (s. auch Abschn. 5.2.2). Auf der anderen Seite kann die kriechinduzierte Karbidausscheidung als Verfestigungsmaßnahme gezielt genutzt werden. Es muß allerdings berücksichtigt werden, daß die Ausscheidung durch Kriechverformung nur dann beeinflußt wird, wenn die Keimbildung im lösungsgeglühten Zustand gehemmt ist und wenn durch Verformung neue Keimplätze ausreichend angeboten werden. Sauthoff /20/ weist darauf hin, daß, solange

$$\dot{\epsilon} b^3 \gg M \dot{\epsilon} \quad (5.2)$$

gilt, wobei $\dot{\epsilon}$ die Keimbildungsrate im lösungsgeglühten Zustand bei der Versuchstemperatur ist, und b und M jeweils der Betrag des Burgervektors und der Taylorfaktor ist, der Einfluß der Kriechverformung auf die Keimbildung vernachlässigt werden kann.

5.2.1.2 Einfluß der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten

Die Zusammensetzung der untersuchten Chargen weicht sehr wenig voneinander ab (vgl. Abschn. 3.1). Dennoch weisen ihre Kriecheigenschaften bedeutende Unterschiede auf. U.a. verformen sich Proben der Charge 1 zumindest für Dehnungen kleiner als 0,05 und bei vergleichbaren Spannungen langsamer als Proben der Charge 2 nach gleicher Wärmebehandlung (Abb. 4.2, 4.4). Wie bei den meisten Werkstoffen ist eine höhere Kriechfestigkeit einer Legierung des Typs 800 /17/ mit einer niedrigeren Duktilität (gemessen an der Bruchdehnung) gekoppelt. Es wurde bereits mehrfach in der Literatur diskutiert /59,72,104,105/, daß geringe Änderungen in der Zusammensetzung von Chargen der Legierung 800 einen großen Einfluß auf ihre mechanischen Eigenschaften haben können. Ein einfacher Vergleich der Zusammensetzungen genügt hier offensichtlich nicht. Die Wechselwirkung zwischen den verschiedenen Elementen in Lösung bestimmt die Gleichgewichtskonzentrationen dieser Elemente in der Matrix nach der Lösungsglühung. Diese Werte und die Vorbehandlung der Proben sind für die Gefügebildung und insbesondere für die Teilchenausscheidung maßgebend und müssen im Auge behalten werden.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte keine ausführliche Untersuchung der Zusammenhänge zwischen der Zusammensetzung einer Charge und ihrem Kriechverhalten durchgeführt werden. Aufgrund der experimentellen Befunde ist aber folgende Erklärung möglich, die in Einklang mit der gesamten Diskussion des Kriechverhaltens der Legierung 800 steht: Der gesamte Titangehalt und der gesamte Kohlenstoffgehalt in der Charge 1 ist größer als in der Charge 2, während der gesamte Nickelgehalt der Charge 1 kleiner ist als der der Charge 2. Wegen dieser beiden Daten ist zu erwarten /17/, daß der in der Matrix gelöste Titan- und Kohlenstoffgehalt nach der Lösungsglühung (T1) höher in der Charge 1 ist (hier wird der unbekannte Stickstoffgehalt der Ti(C,N)-Partikel nicht berücksichtigt). Die Ausscheidung von Titankarbid (bzw. Titankarbonitrid) ist im

Korninneren von lösungsgeglühten Proben gehemmt /17,73/, sie ist deswegen nach dem Aufheizen auf die Versuchstemperatur (T2) noch nicht abgeschlossen und wird durch Verformung bei hohen Temperaturen beschleunigt /98/. Wegen ihrer höheren Konzentrationen von Titan und Kohlenstoff ist damit zu rechnen, daß im anfänglichen Dehnungsbereich ($\epsilon < 0,05$) das Gefüge der Proben der Charge 1 fester ist als das der Proben der Charge 2. Dieser Unterschied in der Ausscheidung wird hier als wesentliche Ursache für die Abweichungen im Kriechverhalten:

- a) wegen ihrer festeren Gefüge verformen sich die Proben der Sorte T2.1 zumindest im anfänglichen Dehnungsbereich ($\epsilon < 0,05$) langsamer als die Proben der Sorte T2.2 (Abb. 4.2, 4.4 und 4.6);
- b) eine wachstumfähige Teilchenstruktur in einem Versuch mit niedriger Kriechgeschwindigkeit führt nach der Diskussion im Abschnitt 5.2.1.1 zu einem Minimum in der Dehngeschwindigkeit in der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/M) \times \epsilon$. Deswegen werden solche Minima in Versuchen an Proben der Sorte T2.1 beobachtet, während sie in Versuchen bei gleichen Spannungen an Proben der Sorte T2.2 nicht zustandekommen;
- c) es wurde bereits erwähnt (Abschn. 5.2.1), daß der Beitrag der Teilchenstruktur zur Härtung mit der Vergrößerung abnimmt und in einem späten Stadium sogar eine untergeordnete Rolle übernehmen kann. In den Versuchen bei 58 MPa an Proben der Sorte T2.1 und T2.2 (Abb. 4.2 und 4.4) sind die Teilchenstrukturen nach 360 h Versuchszeit ($\epsilon(T2.1) = 0,06$; $\epsilon(T2.2) = 0,075$) vergleichbar, die Härtungsbeiträge aus der Teilchen- und der Versetzungsstruktur in beiden Proben ähnlich, und daher verformen sie sich mit gleicher Dehngeschwindigkeit. In den Versuchen bei 78 MPa bzw. 77 MPa an Proben der Sorten T2.1 und T2.2 (Abb. 4.2, 4.4 und 4.6) nähern sich die Kurven auch an: Nach 85 h Versuchszeit ($\epsilon(T2.1) = 0,058$, $\epsilon(T2.2) = 0,132$) sind die Werte der Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}(T2.1) = 2,3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon}(T2.2) = 3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Bei höheren Spannungen erlaubt die kürzere Versuchszeit keine wesentliche Änderung der Teil-

chenstruktur, die Kurven nähern sich nicht an (Abb. 4.2 und 4.4).

Die begrenzte Anzahl von Proben der Charge 1 erlaubte keine tiefere Untersuchung der oben gestellten, auf der Ausscheidung von Titankarbid basierenden Hypothese. Der Unterschied in den mittleren Korndurchmessern beider Chargen kann die geringeren Dehngeschwindigkeiten von Proben der Charge 1 nicht erklären /106/. Die wenig untersuchten Einflüsse von Bor /67,96/ und Stickstoff /107/ könnten allerdings von Bedeutung sein.

Die Temperatur der Lösungsglühung beeinflusst das Kriechverhalten einer Probe, wie es aus der Abbildung 4.8 entnommen werden kann: Bei 75 MPa zeigt eine Probe der Sorte T4.2 (Lösungsgelüht bei 1220°C) ein schwaches Minimum, während eine Probe der Sorte T2.2 die bereits kommentierte Instabilität in dem abfallenden Ast aufweist. In der Tabelle 5.1 wird für diese Versuche der Vergleich der Dehnungsgrade und Kriechgeschwindigkeiten nach einem kurzen und einem langen Zeitintervall erstellt: Nach 2 h Versuchszeit ist die Dehngeschwindigkeit der Probe der Sorte T4.2 deutlich kleiner als die der Probe der Sorte T2.2; dieser Unterschied wird im Laufe des Versuches abgeschwächt. Dieser Vergleich erhellt, daß das Kriechverhalten der Charge 2 sich durch eine Erhöhung der Temperatur der Lösungsglühung dem Kriechverhalten der Charge 1 annähert. Die Erklärung hierfür basiert auf der Gleichung 2.1: Diese besagt, daß die Gleichgewichtskonzentrationen der in der Matrix gelösten Karbidbildner und des ebenfalls gelösten Koh-

t(h)	ϵ		$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	
	T2.2	T4.2	T2.2	T4.2
2	0,013	0,005	1x10 ⁻⁶	4,6x10 ⁻⁷
70	0,116	0,076	3,2x10 ⁻⁷	2,9x10 ⁻⁷

Tab. 5.1 - Vergleich von ϵ und $\dot{\epsilon}$ an Proben der Sorten T2.2 und T4.2.

lenstoffs mit zunehmender Temperatur zunehmen. Die Übersättigung der Matrix an diesen Elementen ist deshalb nach der Lösungsglühung bei 1220°C größer als nach der Wärmebehandlung T1 (1150°C). An diesem Punkt schließt sich die gleiche Erklärung für die Unterschiede im Kriechverhalten an, die oben für den Einfluß der Zusammensetzung auf das Verformungsverhalten gegeben wurde.

Der Einfluß der Vorbehandlung lösungsgeglühter Proben einer Charge auf ihr Kriechverhalten kann schließlich im gleichen Schema interpretiert werden. In der Abbildung 4.4 werden mit gestrichelter Linie drei Versuche dargestellt, die an Proben mit einer von T2 abweichenden Wärmebehandlung durchgeführt wurden. Die zusätzliche Stunde bei der Versuchstemperatur vor dem Versuchsbeginn bewirkt, daß die Kriechgeschwindigkeit für kleine Dehnungen etwas höher liegt als in vergleichbaren Versuchen an Proben der Sorte T2.2. Es muß beachtet werden, daß es sich um eine durchaus erkennbare Tendenz handelt: An Proben der Sorte T2.2 wurden drei Kriechversuche bei 105 MPa durchgeführt, deren Kriechkurven sich in der Auftragung der Abbildung 4.4 überlappen. Die oben genannte Zunahme der Kriechgeschwindigkeit bedeutet eine Schwächung des Gefüges der Proben durch die längere Aufheizzeit. Diese führt zu weiterem Wachstum der ausgeschiedenen Teilchen, das zwar in diesem frühen Stadium den mittleren Teilchenabstand nicht ändert, aber die Konzentration der noch in der Matrix gelösten Karbidbildner und des ebenfalls gelösten Kohlenstoffs erniedrigt. Die durch Verformung induzierte Karbidausscheidung aus dieser verarmten Matrix verleiht dem Werkstoff eine etwas niedrigere Festigkeit als bei Proben der Sorte T2.2 der Fall ist. Dieser Effekt wird durch eine erheblich längere Auslagerung bei 800°C deutlich verstärkt: Die Kriechgeschwindigkeit in Versuchen an Proben der Sorte T3.2 (350 h bei 800°C) liegt höher als die, die an Proben der Sorte T2.2 gemessen wird (Abb. 4.6). Die lange Glühung erschöpft das Reservoir an Karbidbildnern und Kohlenstoff der übersättigten Matrix oder reduziert zumindest die Konzentration dieser Elemente auf Werte in der Nähe ihres Sättigungspunktes. Infolge dieser

Verarmung wird die kriechinduzierte Karbidausscheidung unterdrückt, die verfestigenden Vorgänge beschränken sich auf Versetzungsreaktionen und auf die Wechselwirkung zwischen der Versetzungsstruktur und der vergrößerten Teilchenstruktur. Die Kriechgeschwindigkeit fällt kontinuierlich ab, es bildet sich weder ein Minimum noch ein Plateau. Dies bekräftigt die im vorigen Abschnitt vorgestellte Analyse des Verlaufes der Kriechkurven im Zusammenhang mit der Entwicklung der Teilchenstruktur.

5.2.1.3 Spannungswechselversuche

Spannungswechselversuche erlauben einen direkten Vergleich der unter verschiedenen Bedingungen gebildeten Gefüge, wobei Übergangsbereiche nach dem Spannungswechsel berücksichtigt werden müssen. Die im Abschnitt 4.1.1.3 vorgestellten Versuche liefern weitere Hinweise dafür, daß die Karbidausscheidung in Proben der Sorten T2.1 und T2.2 durch Kriechverformung beeinflusst wird.

Die Versetzungsstruktur (auch die Subkornstruktur) hängt von der angelegten Spannung ab. Diese Abhängigkeit wird im Abschnitt 5.2.2 näher diskutiert. Nach Spannungswechseln werden Übergangsbereiche beobachtet (Abb. 4.11, 4.12 b und 4.13 b), die auf die Anpassung der Versetzungsstruktur an die neue Spannung und ggf. auch auf Änderungen des Teilchengefüges zurückzuführen sind. Wir vergleichen in diesem Abschnitt das Kriechverhalten nach dem Ablauf dieser Übergangsbereiche und setzen voraus, daß die beobachteten Abweichungen zum größten Teil durch die Unterschiede in der Teilchenstruktur verursacht werden.

Vier Kriechversuche an Proben der Sorte T2.1 werden in der Abbildung 4.11 dargestellt. In einem Versuch (A) wurde eine Probe für 80,7 h bei 78 MPa verformt, bevor die Spannung auf 118 MPa erhöht wurde. Nach dem Ablauf des Übergangsbereiches (gesamte Versuchszeit, t_V , von 82,5 h) beträgt die Kriechgeschwindigkeit ca. $9 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Im Vergleich mit einem Versuch (B), bei dem die Spannung gleich 117 MPa gehalten

wurde und die Dehngeschwindigkeit nach 25 h Versuchszeit $1,2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ beträgt, zeigt sich, daß die längere Versuchszeit zur Entfestigung der Probe führt. Dieses Ergebnis ist nicht unerwartet, denn die Gefügeänderungen sind zeitabhängig. Allerdings ist das Gefüge dieser Proben nicht rein zeitabhängig. Dies zeigt der Vergleich zwischen den Versuchen A und C: In diesem Experiment wurde die Probe zunächst für 10,2 h bei 118 MPa verformt, bevor die Spannung auf 81 MPa erniedrigt wurde. Unter dieser Spannung sank die Kriechgeschwindigkeit von $9,2 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ auf $2,6 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ ab, obwohl die Teilchenstruktur sich in diesem Zeitintervall von ca. 85 h vergrößert hat. Diese Abnahme in $\dot{\epsilon}$ ist auf Änderungen in der Versetzungsstruktur zurückzuführen (s. Abschn. 5.2.2). Nach einer gesamten Versuchszeit von 95,6 h wurde die Spannung wieder auf 119 MPa erhöht. Nach Ablauf des Übergangsbereiches ($t_V = 99 \text{ h}$) betrug die Dehngeschwindigkeit $2,3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$. Schließlich wurde eine Probe im Versuch D stets bei 78 MPa verformt. Aus dem Vergleich dieser Versuche können folgende Schlüsse gezogen werden:

- a) in dem Zeitintervall, währenddessen die Probe C bei 81 MPa verformt wurde, vergrößert sich die Teilchenstruktur. Die dadurch verursachte Entfestigung spiegelt sich in der höheren Kriechgeschwindigkeit nach der Spannungserhöhung wider. Dieser Wert übersteigt um einen Faktor 2 den der Probe B, die stets bei 117 MPa verformt wurde;
- b) der Zeiteffekt kann in dem Vergleich zwischen den Proben A und C isoliert werden. In diesen beiden Versuchen ist nach ca. 100 h mit gleicher Entfestigung durch Teilchenvergrößerung zu rechnen. Jedoch ist die Kriechgeschwindigkeit im Versuch A um einen Faktor 4 höher als die im Versuch C: Das festere Gefüge der Probe C wird auf eine feinere, durch die Verformung induzierte Karbidausscheidung zurückgeführt;
- c) ein ähnlicher Vergleich kann zwischen den Kriechversuchen D und C bei 78 MPa bzw. 81 MPa erstellt werden. Nach einer Versuchszeit von 95,6 h beträgt die Kriechgeschwindigkeit im Versuch C $2,6 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ und im Versuch D $2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Es

muß allerdings berücksichtigt werden, daß der Übergangsbereich im Versuch C noch längst nicht abgeschlossen ist. Auf der anderen Seite ist aus vergleichbaren Übergangsbereichen in den Abbildungen 4.12 b und 4.13 b zu erwarten, daß die Kriechgeschwindigkeit nach dem Ablauf dieses Übergangs den Wert von 10^{-7} s^{-1} nicht erreichen würde: Dies ist auch ein starker Hinweis dafür, daß das Teilchengefüge einer bei 118 MPa verformten Probe fester ist als dasjenige einer bei 78 MPa verformten Probe.

In Spannungswechselversuchen an Proben der Sorte T2.2 können ähnliche Effekte beobachtet werden. Die Abbildung 5.2 (vgl. Abb. 4.13 b) gibt einen solchen Versuch wieder. Am Punkt C in dieser Kurve beträgt die Versuchszeit und die Kriechgeschwindigkeit jeweils 75,4 h und $1,9 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. In einem Versuch bei 77 MPa beträgt die Dehngeschwindigkeit nach gleicher Versuchszeit $3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Der Vergleich wird allerdings dadurch erschwert, daß die Spannungen nicht genau übereinstimmen und daß der Übergangsbereich im Spannungswechselversuch nicht abgeschlossen ist. Darüber hinaus ist das Gefüge der Proben

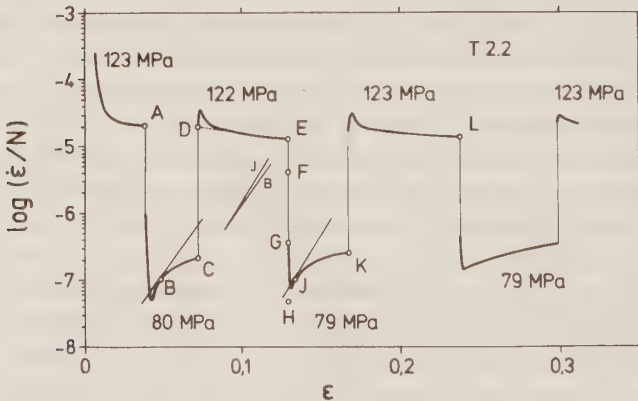


Abb. 5.2 - Spannungswechselversuch an einer Probe der Sorte T2.2 bei 800°C.

der Sorte T2.2 im allgemeinen schwächer als dasjenige der Proben der Sorte T2.1, und daher:

- a) fallen die Unterschiede in den Teilchenstrukturen für verschiedene Spannungen schwächer aus;
- b) nähern sich die Teilchenhärtungsbeiträge wegen Vergrößerung schneller an (Abschn. 5.2.1.2). Am Punkt K ($t_V = 141$ h) ist die Kriechgeschwindigkeit $2,5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$, und in einem Versuch bei 77 MPa beträgt die Kriechgeschwindigkeit nach diesem Zeitintervall $3,2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$.

Die Entfestigung durch Teilchenvergrößerung wird in diesem Versuch deutlich: Wenn die Verformung bei 123 MPa nicht an dem Punkt A abgebrochen wäre, wiese die Kriechgeschwindigkeit bei einem Verformungsgrad von 0,13 (Punkt E) einen geringeren als den hier gezeigten Wert auf (vgl. Abb. 4.4). Noch deutlicher wird dieser Effekt bei dem Vergleich zwischen den Werten von $\dot{\epsilon}$ an den Punkten E und L, denn nach 65-stündiger Verformung bei 79 MPa (Abschnitt G-K) wird die Kurve bei 123 MPa nach oben verschoben.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß die Analyse des Kriechverhaltens der Legierung 800 H bei 800°C deutliche Hinweise auf eine kriechinduzierte Karbidausscheidung liefert, und zwar durch:

- a) den Verlauf der Kriechkurven im anfänglichen Dehnungsbereich (Abschn. 5.2.1.1);
- b) den Einfluß der Zusammensetzung des Werkstoffs und der Wärmebehandlung der Proben auf das Kriechverhalten bei kleinen Verformungsgraden (Abschn. 5.2.1.2);
- c) die Unterschiede in der Kriechgeschwindigkeit nach Spannungswechseln (Abschn. 5.2.1.3).

Darüber hinaus wird aus der Diskussion im Abschnitt 5.2.1.3 klar, daß das Ausmaß der kriechinduzierten Ausscheidung von der angelegten Spannung abhängt.

5.2.2 ÜBERGANGSBEREICHE NACH SPANNUNGSWECHSELN

Im Laufe der letzten drei Jahrzehnte wurden mehrere Modelle der Kriechverformung vorgeschlagen, die meistens das Verhalten der Werkstoffe im stationären Verformungszustand zu erklären versuchen. Ein weiterer Prüfstein für die Tauglichkeit dieser Modelle besteht darin, daß sie das Kriechverhalten von Werkstoffen nach Spannungswechseln beschreiben müssen /37/.

Vielfach wird das Übergangskriechen nach Spannungswechseln als normales oder anomales (umgekehrtes) klassifiziert /108/, es wird aber in jedem Falle eine monotone Änderung der Kriechgeschwindigkeit angenommen /37/. Dieser Verlauf ist jedoch nach Spannungsreduktionen an einfachen Werkstoffen wie Aluminium /109/ und der Legierung Al - 11 Gew.% Zn /110/ nicht monoton: Nach einer Spannungsreduktion nimmt die Kriechgeschwindigkeit zunächst bis zu einem minimalen Wert ab; von da an nimmt sie bis zum stationären Wert bei der niedrigeren Spannung zu. Blum et al. /110/ können sogar für hohe Entlastungsgrade die Verformung unmittelbar nach der Spannungserniedrigung auflösen; in diesem kurzen Zeitintervall nimmt die Kriechgeschwindigkeit noch zu und durchläuft ein lokales Maximum, bevor sie bis zum lokalen Minimum abnimmt.

Es wird allgemein akzeptiert, daß zwischen der Subkornstruktur und der angelegten Spannung ein funktioneller Zusammenhang besteht /90/. In teilchengehärteten Werkstoffen kann allerdings eine bereits existierende Teilchenstruktur den Aufbau der Subkornstruktur beeinflussen /54/ oder sogar die Bildung von Subkorn Grenzen verhindern /111,112/. Auf der anderen Seite wird in der Literatur auch darüber berichtet, daß austenitische Stähle nach Verformung bei hoher Temperatur eine gleichachsige Subkornstruktur aufweisen /91,96/: Es werden sowohl teilchenfreie als auch durch Teilchen verankerte Subkorn Grenzen beobachtet. Die in dieser Arbeit durchgeführten TEM-Untersuchungen (vgl. Abb. 4.53 bis 4.58) zeigen, daß unter den hier untersuchten Bedingungen die Legierung 800 H der letzten Kategorie zugeordnet werden kann. Die Spannungsabhän-

gigkeit der Subkorngröße (vgl. Gl. 4.2 und Tab. 4.3) wird durch eine übliche Beziehung ausgedrückt /90/. Für die Analyse von Spannungswechselversuchen muß aber die Reversibilität des Zusammenhanges zwischen Subkornstruktur und angelegter Spannung näher diskutiert werden. In Spannungswechselversuchen an reinem Aluminium wurde die in den Übergangsbereichen ablaufenden Gefügeänderungen ausführlich untersucht /61,62/: Die Strukturen nach dem Ablauf der Übergangsbereiche zeigen sich mit denen identisch, die an Versuchen ohne Spannungswechsel gebildet werden. Diese Identität wurde auch zwischen monoton und zyklisch kriechverformten Aluminiumproben festgestellt /87/, wobei die Subkornstruktur mit der Umkehrung der Spannung aufgelöst und mit fortschreitender Verformung wieder aufgebaut wird /113/. Es muß allerdings bemerkt werden, daß die Reversibilität der Subkornstruktur nach Spannungswechseln an einfachen Werkstoffen noch von einigen Autoren beanstandet wird /z.B. 64/. Im Falle komplexerer Werkstoffe wie austenistischer Stähle könnte die Teilchenstruktur Einfluß haben. Murty und McDonald /114/ z.B. behaupten, daß die Subkornstruktur nach Spannungserhöhungen und -erniedrigungen (im Zugbereich) an einem Stahl des Typs 304 bei 593°C total aufgelöst wird. Allerdings ist die experimentelle Absicherung dieses Ergebnisses in ihrer Veröffentlichung unserer Meinung nach unzureichend. Die Äquivalenz in der Struktur von zyklisch und monoton verformten Proben der Legierung 800 H wurde gezeigt:

- in dieser Arbeit im Zugbereich (vgl. Tab. 4.3);
- von Nahn und Moteff /91/ im Zug-Druck-Bereich. Diese Autoren stellen zwar eine Abweichung zwischen monoton und zyklisch verformten Proben fest, die aber bei 760°C kleiner wird (vgl. Abb. 7 in ihrer Arbeit). Ein ähnlicher Effekt wurde von Challenger und Moteff /115/ im Stahl AISI 316 beobachtet.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde keine ausführliche Untersuchung der Gefügeänderungen in den Übergangsbereichen nach Spannungswechseln durchgeführt. Es konnte aber festgestellt werden, daß

die Subkornstruktur nach Spannungswechseln erhalten bleibt. Ihre Reversibilität wurde zwar nicht bewiesen, ist aber prinzipiell möglich: In allen Proben wurden teilchenfreie Subkorgngrenzen beobachtet; durch Bildung bzw. Auflösung solcher Subkorgngrenzen könnte sich die Struktur an die neue Spannung anpassen.

In der Einleitung des Abschnittes 5.2.1.1 wurde bereits ein Vergleich der verschiedenen Darstellungsformen von Kriechkurven erstellt. Auch im Falle von Spannungswechselversuchen ermöglicht die Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ die Aufzeichnung von Übergangsbereichen, die in der Darstellung $\epsilon \times t$ nicht deutlich erkannt werden (vgl. Abb. 4.10 bis 4.13 b). Der Verlauf der Übergangsbereiche nach Spannungsreduktionen gleicht dem, der an einfacheren Werkstoffen /109,110/ beobachtet wurde. Anhand des Strickmodells können diese Übergangsbereiche in Aluminium erklärt werden /46,49/. Im folgenden werden die Übergangsbereiche nach Spannungserniedrigungen und -erhöhungen an Proben der Legierung 800 H mit Hilfe des Strickmodells qualitativ erklärt.

Im Abschnitt 2.4 wurde das Strickmodell für die Anwendung auf teilchengehärtete Werkstoffe erweitert. In dieser modifizierten Form bleibt die Grundgleichung des Modells:

$$\dot{\epsilon}_s \propto \exp \left(\frac{b^2 s \sigma_h}{M k T} \right) - 1 \quad (5.3)$$

Im Argument der exponentiellen Funktion sind zwei Parameter spannungsabhängig: σ_h , die lokale Spannung im harten Bereich, und s , der mittlere Abstand zwischen Versetzungen in den Subkorgngrenzen. Die Spannungsabhängigkeit von σ_h wird ausgedrückt durch:

$$\sigma_h = k_h (\sigma - \sigma_T) \quad (5.4)$$

wobei der Abzug eines Terms σ_T den Beitrag der Teilchenstruktur zu berücksichtigen versucht. Der Spannungskonzentrationsfaktor k_h koppelt harte und weiche Bereiche über ihre Volumen-

anteile, f_h und $(1 - f_h)$:

$$k_h = 1 + \frac{1 - f_h}{f_h} \frac{\sigma_i - \sigma_T}{\sigma - \sigma_T} \quad (5.5)$$

Die Bestimmung des mittleren Versetzungsabstandes in Subkorn-
grenzen, s , erfordert großen experimentellen Aufwand /87,88/.
Der Betrag von s hängt vom Typus der Subkorn-
grenze und vom Verkipfungswinkel ab /88,116/ und nimmt mit ablaufender Ver-
formung in Richtung auf einen stationären Wert ab /88/. Die
Spannungsabhängigkeit von s wurde für die Legierung Al -
11 Gew.% Zn bestimmt /117/:

$$s = 3,5 b (G / \sigma)^{1/2} \quad (5.6)$$

König und Blum /87/ erhielten für Aluminium und Eisen eine
ähnliche $\sigma^{-1/2}$ - Abhängigkeit von s . Der funktionelle Zusam-
menhang zwischen s und der angelegten Spannung für die Legie-
rung 800 H wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht festgestellt.
Ansatzweise übernehmen wir die bereits festgelegte Spannungs-
abhängigkeit von s für die Legierung Al - 11 Gew.% Zn (Gl.
5.6). Mit den Werten von $b = 0,254$ nm und $G = 50$ GPa ergibt
sich ein Versetzungsabstand bei 105 MPa von 19,4 nm. Der
beobachtete Versetzungsabstand (Abb. 4.55) besitzt die gleiche
Größenordnung. In der Analyse des Kriechverhaltens nach Span-
nungsänderungen ist außer der Spannungsabhängigkeit von σ_h und
 s auch die Entwicklung dieser Größen nach Lastwechseln von
Bedeutung. Die weitreichenden inneren Rückspannungen können
infolge Änderungen der angelegten Spannung verhältnismäßig
schnell variieren, wie es schematisch in der Abbildung 5.3
dargestellt wird. Für diese Änderungen in σ_h reichen pla-
stische Dehnungen der Größenordnung der elastischen Dehnung
aus /46/. Demgegenüber erfordern Änderungen des mittleren
Versetzungsabstandes größere Zeit- bzw. Dehnungsintervalle.
Diese beiden Befunde, die Spannungsabhängigkeit von σ_h und s
und die Zeitabhängigkeit der Änderungen in diesen Größen nach
Spannungswechseln liefern den Schlüssel zum Verständnis der

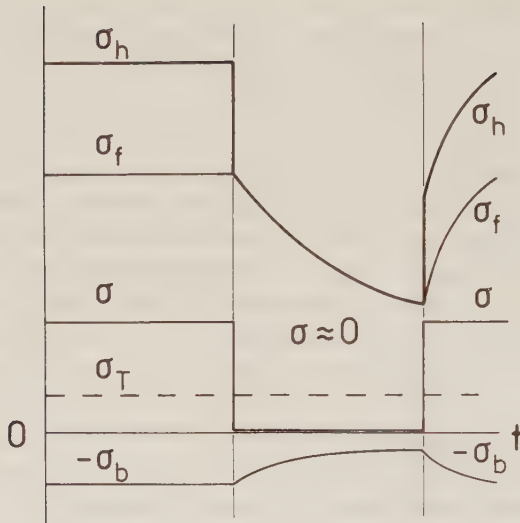


Abb. 5.3 - Zeitliche Änderung der inneren Spannungen nach einer totalen Entlastung in schematischer Darstellung.

beobachteten Übergangsbereiche: Unmittelbar nach einer Spannungserniedrigung nimmt σ_h ab, während der Wert von s vorerst praktisch konstant bleibt. Dies führt laut Gleichung 5.3 zu einer Abnahme der Kriechgeschwindigkeit. Nach weiterer Verformung unter dieser niedrigeren Spannung erhöht sich der Wert von s bis zum stationären Wert (Gl. 5.6). Diese Zunahme spiegelt sich in der Erhöhung von $\dot{\epsilon}$ wieder. Das lokale Minimum der Kriechgeschwindigkeit ergibt sich aus dem Gleichgewicht dieser entgegengesetzten Tendenzen. Unter Umständen kann die Vergrößerung der Teilchenstruktur zusätzlich eine Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit bewirken, die in der Gleichung 5.3 durch eine Abnahme des Parameters σ_T erfaßt wird. In der schematischen Darstellung der Abbildung 5.3 wird allerdings der Beitrag von σ_T der Einfachheit halber konstant gehalten.

Die qualitativen Überlegungen im letzten Abschnitt werden hier anhand eines Spannungswechselversuches (Abb. 5.2) anschaulich gemacht. Wir berechnen zunächst die Abnahme in $\dot{\epsilon}$ nach einer Spannungsreduktion von $\sigma_1 = 122$ MPa auf $\sigma_2 = 79$ MPa. Unmittelbar nach der Entlastung bleiben σ_T und s unverändert. Für σ_T wird ein Wert von 50 MPa eingesetzt, der einem mittleren Teilchenabstand von ca 0,6 μm entspricht /26/ und daher eine akzeptable Schätzung ist. Für s wird der durch die Gleichung 5.6 errechnete Wert von 18 nm ($\sigma_1 = 122$ MPa) eingesetzt. σ_h nimmt nach der Gleichung 5.4 vom Anfangswert $k_h(\sigma_1 - \sigma_T)$ auf den Wert $k_h(\sigma_2 - \sigma_T)$ ab. In dieser semi-quantitativen Abschätzung setzen wir für den Spannungskonzentrationsfaktor, k_h , den Wert von 5 - wie bei Aluminium /49/ - ein und erhalten aus der Gleichung 5.3 eine Abnahme in $\dot{\epsilon}$ um den Faktor 282. Dieser abgeschätzte Wert wird in der Abbildung 5.2 durch den Punkt H dargestellt. In der Tat aber nimmt σ_h nach der Spannungsreduktion kontinuierlich ab (Abb. 5.3), denn die Anpassung der Versetzungsstruktur erfordert Zeit. Dies zeigt sich in der steilen Abnahme der Kriechgeschwindigkeit bis zu Werten in der Nähe des Punktes H. Die sich anschließende Zunahme ist auf die Zunahme in s und auf die Abnahme in σ_T zurückzuführen. Als Vergleich zu dieser Annahme über die σ_h -Änderungen wiederholen wir den Rechenvorgang für den Fall von "konstanter Struktur", d.h. die Abnahme von σ_h gleicht der von σ : $\Delta\sigma_h = \sigma_1 - \sigma_2$. Der so errechnete Faktor beträgt lediglich 3 und wird in der Abbildung 5.2 durch den Punkt F dargestellt, der offensichtlich weit von dem beobachteten Wert liegt. Weiter ist es möglich, die Änderung in der Kriechgeschwindigkeit nach dem Ablauf der Änderungen in der Versetzungsstruktur zu berechnen. Die Spannungserhöhung von 80 MPa auf 122 MPa in der Abbildung 5.2 eignet sich gut dafür, denn der Übergangsbereich ist nach einer kurzen Zeit abgeschlossen, σ_h und s nehmen ihre Gleichgewichtswerte an, ohne daß σ_T sich bedeutend ändert. Für σ_T wird der gleiche Wert von 50 MPa eingesetzt (die Zeitspanne im Abschnitt bei 122 MPa beträgt lediglich eine Stunde); für σ_h und s werden die Werte für die jeweiligen Spannungen eingesetzt, die aus den Gleichungen 5.4

und 5.6 erhalten werden. Die Kriechgeschwindigkeit nimmt um eine Faktor 97 zu, und der entsprechende Punkt (D) befindet sich auf der extrapolierten Kriechkurve des Abschnittes bei 122 MPa.

Die Abschätzungen im letzten Abschnitt zeigen, daß die Übergangsbereiche nach Spannungswechseln näherungsweise durch das Strickmodell beschrieben werden können. Eine nähere Betrachtung der Abbildung 5.2 bekräftigt diese Hypothese: Die Zunahme in $\dot{\epsilon}$ nach den lokalen Minima bei 80 MPa ist nicht allein auf die Vergrößerung der Teilchenstruktur zurückzuführen. Wenn dem so wäre, würde die Ableitung der Kriechgeschwindigkeit nach der Zeit im Laufe des Versuches abnehmen, denn die Teilchenvergrößerung erfolgt immer langsamer mit zunehmender Versuchszeit. In der Auftragung $\log(\dot{\epsilon}/N) \times \epsilon$ kann die Ableitung $d\dot{\epsilon}/dt$ an zwei Punkten mit gleicher Kriechgeschwindigkeit durch die Steigung der Kurve an diesen Punkten verglichen werden. In der Abbildung 5.2 wird dieser Vergleich an den Punkten B und J durchgeführt. Obwohl die Zeitspanne zwischen diesen Punkten 57 h beträgt, ist die Steigung der Kurve am Punkt B sogar kleiner als die am Punkt J. Deswegen müssen Versetzungsmechanismen neben der Teilchenvergrößerung eine bedeutende Rolle spielen.

Murty und McDonald /114/ berichten über ähnliche Einflüsse der Vorgeschichte auf das Kriechverhalten eines austenitischen Stahls des Typs AISI 304 bei 593°C: Sie beobachteten nach Spannungserhöhungen (-erniedrigungen) eine höhere (niedrigere) Kriechgeschwindigkeit als es zu erwarten wäre. Allerdings berichten sie über eine totale Auflösung der Subkornstruktur und über die Abwesenheit von Übergangsbereichen in $\dot{\epsilon}$ nach den Spannungswechseln. Unserer Meinung nach werden beide Aussagen experimentell nicht ausreichend gesichert. Die Autoren schlagen eine qualitative Erklärung anhand des Verformungsmodells von Li und Hart vor, die mit ihren Beobachtungen nicht in Einklang steht: Einerseits gehen sie davon aus, daß der Härtparameter σ^* in dem Model von Li und Hart nach Spannungswechseln konstant bleibt; andererseits behaupten sie, daß die beobachteten Strukturänderungen einen beträchtlichen

Einfluß auf den Parameter σ^* haben müssen. Swindeman und Klueh /4/ beobachteten den gleichen Effekt nach Spannungswechseln an Proben des Stahls $2\frac{1}{4}$ Cr - 1 Mo bei 538°C. Diese Autoren versuchten aber nicht, das Werkstoffverhalten zu erklären.

Die im jetzigen und in den Abschnitten 5.2.1.2 und 5.2.1.3 durchgeführte Diskussion legt nahe, daß das Kriechverhalten der Legierung 800 H in dem untersuchten Zustand eine starke Abhängigkeit von der Vorgeschichte aufweist. Zum gleichen Ergebnis kommen Villagrana et al. /98/ nach der Analyse von Untersuchungen der plastischen Ermüdung (LCF) dieser Legierung im Temperaturbereich zwischen 538°C und 760°C. Die Gründe für diese Abhängigkeit sind einerseits die Entwicklung der Teilchenstruktur und andererseits die Versetzungsmechanismen, die nach Spannungswechseln ausgelöst werden. Es wird deutlich, daß eine einfache Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit über der Spannung (Abb. 4.9 a und b) nur in beschränktem Maße Informationen über das Kriechverhalten dieser Legierung liefern kann, denn Änderungen des Teilchengefüges und der Versetzungsstruktur werden dabei nicht berücksichtigt. Das Strickmodell in seiner erweiterten Form ermöglicht eine bessere Beschreibung des Kriechverhaltens: Wenn die Spannungsabhängigkeit des Parameters s (Gl. 5.6) in die Grundgleichung des Modells (Gl. 5.3) eingebaut wird, ergibt sich folgender Ausdruck für die Kriechgeschwindigkeit:

$$\dot{\epsilon} = \exp [3,5 b^3 G^{1/2} k_h (\sigma - \sigma_T) / M k T \sigma^{1/2}] - 1 \quad (5.7)$$

Bei konstantem Wert des Parameters σ_T liefert diese Gleichung die Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}$ bei konstantem Teilchengefüge. Die Abbildung 5.4 zeigt eine Schar von Kurven für verschiedene Werte von σ_T und mit den sonstigen Parametern der Legierung 800 H. Eingetragen wurden hier zwei Wertepaare, die den Punkten C und D der Abbildung 5.2 entsprechen. Der Punkt D ergibt sich aus der Extrapolation der Kriechkurve nach Ablauf des Übergangsbereiches unter Vernachlässigung der Teilchenvergrößerung. Er drückt somit die Kriechgeschwindigkeit bei den stationären Werten der Parameter für eine angelegte Spannung

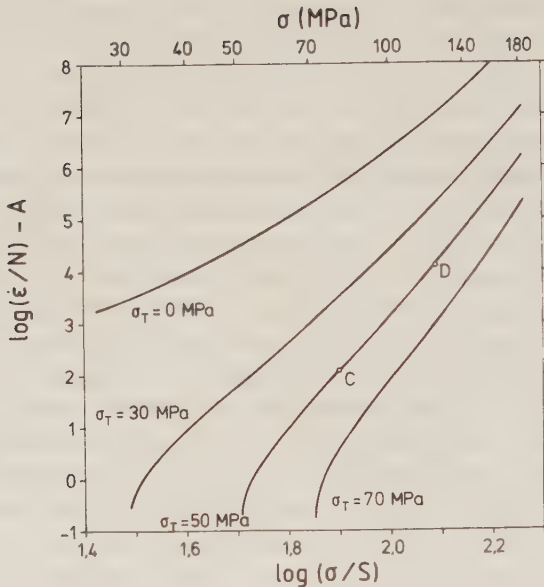


Abb. 5.4 - Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit nach der Gleichung 5.7. C und D beziehen sich auf Punkte auf der Abbildung 5.2

von 122 MPa und mit einem Teilchenhärtungsparameter von ca. 50 MPa aus, der gleich dem am Punkt C ist. Beide Punkte C und D fallen auf die Kurve mit $\sigma_T = 50$ MPa in der Abbildung 5.4. Darüber hinaus ist in dieser Abbildung noch zu bemerken, daß:

- die Kurve für $\sigma_T = 0$ MPa, die das Verhalten eines reinen Metalles darstellt, eine positive Krümmung zeigt. Dieser Verlauf ist in der Literatur als "power law breakdown" bekannt /118/. Blum und Schmidt /49/ erklärten diesen Effekt in Aluminium anhand des Strickmodells;
- die anderen Kurven besitzen als Asymptote eine zur Ordinate parallele Gerade, deren x-Abschnitt der jeweilige

Wert des Parameters σ_T ist. Die Krümmung dieser Kurven ist in diesem Bereich negativ. Für höhere Spannungen haben diese Kurven immer größer werdende Steigungen. Dieses Verhalten ist typisch für teilchengehärtete Legierungen /119/.

Als Schluß dieses Abschnittes möchten wir mit zwei Bemerkungen die Anwendung des Strickmodells zur Analyse dieser Spannungswechselversuche diskutieren. An erster Stelle zeigen wir, daß die beobachteten Übergänge nicht durch Mischkristallhärtung zu erklären sind:

- a) interstitielle Fremdatome (C,N) sind zum größten Teil in den Karbonitriden gebunden. Keines der anderen Legierungselemente ist ein starker Mischkristallhärter. Bei hoher Temperatur werden Mischkristalleffekte in der Legierung 800 H nicht mehr beobachtet /71/;
- b) die Abnahme (Zunahme) in ϵ nach Spannungserhöhungen (-erniedrigungen) kann nicht auf die Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Fremdatomen zurückgeführt werden;
- c) nach totalen Spannungsentlastungen für kurze Zeitintervalle wird nur ein kurzer, monoton abnehmender Übergang in ϵ beobachtet (Abb. 4.29). Es wäre möglich, daß in dieser Zeit substitutionelle Fremdatome, die in der Matrix aleatorisch verteilt sind, die Versetzungen verankern. Nach Wiederbelastung würde dann zunächst die Kriechgeschwindigkeit wegen anelastischer Vorgänge abnehmen und dann aufgrund des Losreißen von Versetzungen wieder zunehmen, was nicht beobachtet wird. Dieses Argument wird mit noch größerer Kraft in der Analyse von Moduswechselversuchen (Abschn. 5.3.2) wieder aufgegriffen.

An zweiter Stelle möchten wir erwähnen, daß die Abwesenheit einer gut ausgebildeten Subkornstruktur bei geringen Verformungsgraden die Anwendbarkeit des Strickmodells nicht ausschließt. Die Anwesenheit von Subkorgrenzen in späteren Stadien der Verformung deutet daraufhin, daß bereits bei geringen

Dehnungen eine inhomogene Verteilung der Versetzungen vorhanden sein muß. In den Vorläufern der Subkorn Grenzen muß die lokale Spannung bereits höher sein als in anderen Stellen, so daß eine Erweiterung des Strickmodells durchaus denkbar ist.

5.3 ZYKLISCHES KRIECHEN

5.3.1 GEFÜGEÄNDERUNGEN WÄHREND ZYKLISCHER VERFORMUNG

Die rasche Abnahme der Kriechgeschwindigkeit bei kleinen Dehnungen in Versuchen unter zyklischer Belastung (Abb. 4.17 und 4.18) zeigt die große Verfestigung des Werkstoffs in den ersten Zyklen. Im Versuch bei $\sigma_0 = 124$ MPa, $R = 0,05$ und $\Delta t = 10$ s (T2.2, Abb. 4.17) z.B. wird innerhalb der ersten Belastungsphase ein Dehnungsgrad von $9,48 \times 10^{-3}$ erreicht. Bereits in der zweiten Belastungsphase dehnt sich die Probe nur noch um $1,86 \times 10^{-3}$, in der zehnten Phase um $1,18 \times 10^{-3}$ aus. Diese Dehnungen enthalten die elastische Verformung, die für diese Spannungsänderung $8,5 \times 10^{-4}$ ($E_d = 139$ GPa) beträgt, und anelastische Beiträge, ein Teil deren bereits während der Belastung abläuft. Die Abnahme der Vorwärtsverformung vom zehnten Zyklus an wird deutlich schwächer. Auf der anderen Seite weist die Probe während der ersten Entlastungsphase eine Rückwärtsverformung von $1,03 \times 10^{-3}$ auf, von der ein kleiner Teil zeitabhängig ist. Die Rückdehnung erhöht sich in den ersten Zyklen geringfügig und erreicht im zehnten Zyklus einen Wert von $1,12 \times 10^{-3}$. Die große Abnahme von $\Delta \epsilon_0$ in den ersten Zyklen deutet auf eine schnelle Zunahme der Versetzungsdichte in diesem Intervall. Die ver- und entfestigenden Mechanismen, die im Abschnitt 5.2.1 diskutiert wurden, setzen auch hier ein. Ein neuer Aspekt besteht darin, daß bereits nach der ersten Entlastung eine nicht-elastische, zeitabhängige Rückwärtsverformung auftritt. In reinen Metallen wird auch diese Rückdehnung beobachtet, aber ihr Betrag nimmt mit fortschreitender Verformung deutlich zu /37/. In diesem Falle der Legierung 800 H kann folgendes über die Rückdehnung gesagt werden:

- a) die Anelastizität durch Korngrenzengleitung kann hier in Anbetracht der fortgeschrittenen Karbidausscheidung an den Korngrenzen ausgeschlossen werden, zumal das grobkörnige Gefüge der Proben diesen Mechanismus nicht favorisiert;
- b) eine effektive Mischkristallhärtung könnte das Rückwärts-gleiten von ausgebauchten Versetzungsbogen verzögern. Aus eigenen Messungen, die in den Abschnitten 5.2.2 und 5.3.2 diskutiert werden, und aus den Ergebnissen von Villagrana et al. /71/ kann aber die Mischkristallhärtung in dieser Legierung bei der hohen Temperatur vernachlässigt werden;
- c) die thermisch aktivierte Überwindung von Hindernissen könnte auch die verzögerte Rückwärtsbewegung der Versetzungen erklären /120/. Dieser Prozeß setzt aber außer der Zufuhr thermischer Energie voraus, daß auch Energie mechanischer Natur zugeführt wird. Dieser Beitrag kann in diesem Falle auf die Abnahme der Länge von Versetzungslinien (ausgebauchten Versetzungsbogen) oder auf den Abbau innerer Spannungen zurückgeführt werden. Die Existenz von inneren Spannungen in diesem frühen Stadium der Verformung wurde bereits im Abschnitt 5.2.2 postuliert: Unter der angelegten Spannung würde die lokale Spannung in der Nähe von Teilchen und in Anhäufungen von Versetzungen höher sein als in anderen Bereichen, wo die Versetzungsdichte kleiner ist (vgl. Abschn. 2.3); nach Entlastung würden diese härteren Bereiche die Versetzungen in den weicheren Bereichen zum Rückwärtsgleiten zwingen, und in diesem Prozeß würde sich die Heterogenität der Spannungsverteilung abbauen.

Trotz ihrer Vor- und Rückwärtsbewegungen bilden die Versetzungen während zyklisches Kriechens Subkorngrenzen (Abb. 4.57 und 4.58). Innerhalb der Meßgenauigkeit konnte kein Einfluß des Belastungsmodus auf die Subkorngröße festgestellt werden (Abschn. 4.2.4.2 und 5.2.2). Der Aufbau der Subkorngrenzen wurde zwar in dieser Arbeit nicht untersucht, es wird aber eine Erhöhung des effektiven Wertes von s durch die zyklische Belastung erwartet /11/: In der Abbildung 5.5 wird schematisch eine Subkorngrenze dargestellt. Die Versetzung in

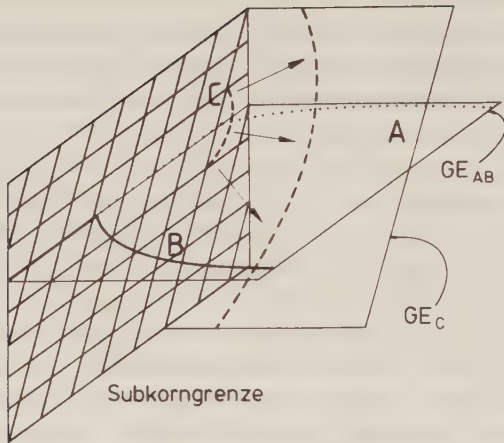


Abb. 5.5 - Versetzungsreaktionen an einer Subkorngrenze bei zyklischer Belastung (GE bedeutet Gleitebene).

A gleitet unter der angelegten Spannung und strickt sich dabei in die Subkorngrenze ein. Während der Entlastungsphase läuft sie bis zur Stelle B zurück und strickt sich teilweise aus. Wenn die Spannung in diesem Moment wieder erhöht wird, strebt die betrachtete Versetzung die Stelle A wieder an und repariert dadurch die "Laufmasche": Dieser Gleitprozeß trägt zur anelastischen Vorwärtsverformung bei. Bevor aber dieser Reparaturprozeß abgeschlossen wird, könnte ein Segment des zweiten Versetzungssystems (z.B. C) aktiviert werden und sich während der Belastungsphase aus der Subkorngrenze ausstricken. Dies entspricht einer örtlichen Zunahme des Parameters s . Dieser Mechanismus könnte nach einer großen Anzahl von Zyklen den Wert von s im Vergleich mit dem monotonen Wert erhöhen.

Über die Entwicklung der Karbidstruktur gelten hier alle Bemerkungen, die zu diesem Punkt im Abschnitt 5.2.1 gemacht wurden. Die Vor- und Rückwärtsbewegungen der Versetzungen üben weder über das Wachstum bereits ausgeschiedener Teilchen noch über die verformungsinduzierte Karbidausscheidung großen Ein-

fluß aus. Es besteht daher eine formale Ähnlichkeit zwischen den Anfangsbereichen der Kriechkurven unter zyklischer und monotoner Belastung: Es bildet sich bei höheren Kriechgeschwindigkeiten ein Plateau (Abb. 4.4 und 4.18) oder bei niedrigen ein Minimum (Abb. 4.2 und 4.17). Die qualitative Erklärung dieser Kurvenverläufe, die im Abschnitt 5.2.1.1 für die monotone Belastungsart vorgestellt wurde, gilt in diesem Falle auch. Die Entfestigung durch Vergrößerung der Karbidstruktur kann auch in Moduswechselversuchen beobachtet werden: In dem Versuch, dessen Kriechkurve in der Abbildung 4.21 b wiedergegeben wird, wird die Probe bei einem Verformungsgrad von 0,172 für 45 Minuten unter zyklischer Belastung verformt. Wieder unter monotonem Belastungsmodus und nach dem Ablauf des Übergangsbereiches erreicht die Kurve im Punkt A die Fortsetzung ihres ersten Abschnittes. An diesem Punkt wird ein neuer Moduswechsel durchgeführt, und die Probe wird für 22,3 h unter zyklischer Belastung verformt. Der Punkt B liegt am Ende des Übergangsbereiches nach dem Moduswechsel von zyklischer auf monotone Belastung. Das Verformungsintervall zwischen A und B beträgt 0,061; dem entspricht unter monotoner Belastung bei 102 MPa in diesem Bereich der Kurve ein Zeitintervall von 7,5 h. In diesem Versuch aber beträgt das Zeitintervall zwischen A und B 24,6 h. Wegen der unterschiedlichen Versuchszeiten ist die Kriechgeschwindigkeit am Punkt B ($3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) höher als der Wert von $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ zum gleichen Verformungsgrad unter monotoner Belastung (Abb. 4.4). Ähnliche Effekte können in den anderen Moduswechselversuchen beobachtet werden.

5.3.2. ÜBERGANGSBEREICHE NACH WECHSELN DES BELASTUNGSMODUS

Im Abschnitt 2.4 wurde das Strickmodell für die Anwendung auf teilchengehärtete Werkstoffe erweitert. Diese modifizierte Form des Modells wurde im Abschnitt 5.2.2 für die Erklärung der Übergangsbereiche nach Spannungswechseln eingesetzt. In diesem Abschnitt wird anhand des gleichen Modells die Entstehung von Übergangsbereichen nach Wechseln der Belastungsart von monotoner auf zyklische ($0 < R < 1$) und umgekehrt sowie

die zyklische Kriechverlangsamung in der Legierung 800 H bei 800°C erklärt.

Die Grundgleichung des Modells bleibt auch in seiner erweiterten Form

$$\dot{\epsilon} \propto \exp \left(\frac{b^2 s \sigma_h}{M k T} \right) - 1 \quad (5.3)$$

Die lokale Spannung im harten Bereich σ_h setzt sich aus der inneren Vorwärtsspannung in dem harten Bereich σ_f und aus der angelegten Spannung σ zusammen, wobei von dieser der Beitrag der Teilchenhärtung σ_T abgezogen werden muß

$$\sigma_h = (\sigma - \sigma_T) + \sigma_f \quad (5.8)$$

Die Kopplung zwischen den inneren Spannungen in den harten und in den weichen Bereichen erfolgt über die Volumenanteile dieser Bereiche /37/, und drückt sich im Falle von teilchengehärteten Werkstoffen aus durch:

$$\sigma_f = \frac{1 - f_h}{f_h} \sigma_b = \frac{1 - f_h}{f_h} (\sigma_i - \sigma_T) \quad (5.9)$$

Die innere Spannungen werden verursacht durch Versetzungen in den Subkorn Grenzen, wie z.B. durch Ausbauchung dieser Netzwerke /41,42/, oder durch Versetzungen in der Nähe der Subkorn Grenzen, wie z.B. durch Aufstauungen /39/. Diese Strukturen sind aber von der angelegten Spannung abhängig: Einer Spannungserniedrigung folgt ihre Relaxation und somit ein Abbau der inneren Spannung /49/. Auf der anderen Seite bewirkt eine Spannungserhöhung den Aufbau der inneren Spannung σ_f , deren stationärer Wert bei einer vollständigen Versetzungsstruktur erreicht wird. Die Änderungen in σ_f nach einer Spannungserniedrigung bzw. -erhöhung werden schematisch in der Abbildung 5.6 dargestellt: Die Abbildung 5.6 a stellt die Abnahme in σ_f dar, nachdem die angelegte Spannung auf $\sigma_u \approx 0$

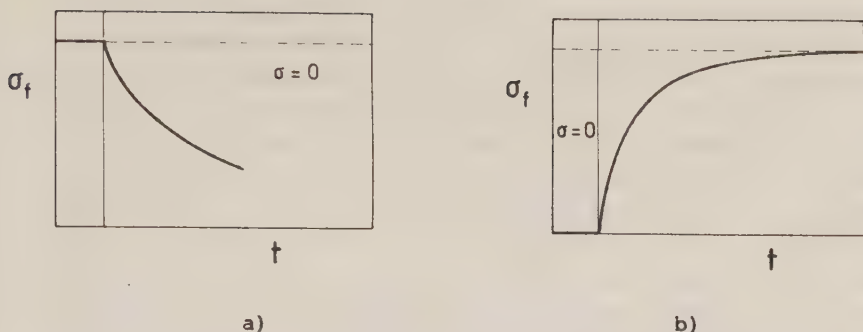


Abb. 5.6 - Schematische Darstellung der Änderung in der inneren Spannung σ_f nach einer:
a: Spannungserniedrigung;
b: Spannungserhöhung.

reduziert wurde; die Abbildung 5.6 b dagegen stellt den Aufbau der inneren Spannung in einer für sehr lange Zeit entlasteten Probe dar, nachdem die angelegte Spannung von σ_u auf σ_o erhöht wurde. Wie oben bemerkt sind diese Änderungen in σ_f mit anelastischen Effekten eng verbunden. Eine quantitative Beschreibung der Vorgänge, die zu diesen Änderungen einen Beitrag liefern können, ist schwer durchführbar. In der folgenden Diskussion ist allerdings nur die Form dieser Kurven und nicht ihr exakter Verlauf von Bedeutung. Als Beispiel könnte hier der Auf- und Abbau einer Versetzungsaufstauung herangezogen werden: Nach einer Spannungserniedrigung entfernen sich zuerst die äußersten Versetzungen, die in geringem Maße zur Spannung an der Spitze des Aufstaus beitragen; die Relaxation des Aufstaus wird mit ihrem eigenem Ablauf schwieriger, denn die Triebkraft nimmt stets ab. Nach Wiederbelastung erhöht sich die Spannung an der Spitze des Aufstaus bereits durch die ersten Versetzungen verhältnismäßig schnell; mit wachsender Anzahl von Versetzungen wird der Einbau von weiteren Versetzungen immer schwieriger und die Steigung der Kurve nimmt ab. Durch dieses Beispiel zeigt sich das wichtigste Kennzeichen

der Kurven: Der Betrag der Steigung unmittelbar nach der Entlastung in der Abbildung 5.6 a ist kleiner als die Steigung unmittelbar nach der Belastung in der Abbildung 5.6 b.

Für die Analyse des zyklischen Kriechverhaltens setzen wir im folgenden die Gleichung 5.3 ein. Das Argument der exponentiellen Funktion in dieser Gleichung enthält zwei Parameter, die hierfür von Bedeutung sind: s und σ_h . Im Abschnitt 5.3.1 wurde gezeigt, daß nach einem Wechsel von monotoner auf zyklische Belastungsart der effektive Wert von s steigt. Wird nach einer großen Zyklenzahl die monotone Verformung fortgesetzt, stricken sich mit zunehmender Verformung Versetzungen ein, und s nimmt somit ab. σ_h wird nach der Gleichung 5.8 durch die Änderungen in drei Faktoren bestimmt:

- für die angelegte Spannung wird vereinfachend ein rechteckiger Zyklus angenommen: Die Spannung nimmt abwechselnd die Werte σ_0 und $\sigma_u = R \sigma_0$ an (vgl. Abschn. 3.2.3);
- σ_T erhöht sich am Anfang des Versuches wegen der kriecheinduzierten Keimbildung von weiteren Karbiden. In einem späteren Stadium nimmt σ_T wegen Vergrößerung der Teilchenstruktur ab;
- für die Änderungen in σ_f werden die schematischen Kurven der Abbildung 5.6 eingesetzt. Wir setzen vereinfachend voraus, daß diese $\sigma_f(t)$ -Kurven für eine gegebene Struktur unabhängig voneinander sind. Dies hat zur Folge, daß die Kurven auch für Spannungswechsel angewandt werden können, deren Dauer den vollständigen Auf- bzw. Abbau der inneren Spannung nicht ermöglichen. Die Abbildung 5.7 stellt diese Verhältnisse dar. Die Abnahme in σ_f bis zum Punkt A folgt der Kurve der Abbildung 5.6 a; die Zunahme in σ_f unter voller Spannung vom Punkt A ab folgt einer Kurve, die aus der in der Abbildung 5.6 b dargestellten Kurve durch eine Verschiebung entlang der t-Achse erhalten wird.

In Anlehnung an diese Überlegungen kann die zeitliche Entwicklung von σ_f nach einem Wechsel von monotonem auf zyklischen Belastungsmodus schematisch anhand der Abbildung 5.6

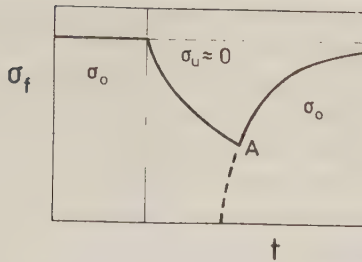


Abb. 5.7 - Schematische Darstellung der Änderung in der inneren Spannung σ_f nach einer kurzen Entlastung.

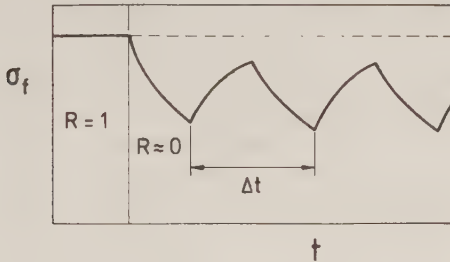


Abb. 5.8 - Änderung in σ_f nach einem Wechsel von monotoner auf zyklische Belastung.

dargestellt werden: Dies geschieht in der Abbildung 5.8 für einen Wechsel von monotoner ($R = 1$) auf zyklische Belastungsart ($R \approx 0$) mit Zyklusperiode Δt . Diese Änderungen von σ_f wirken sich auf den Verlauf der $\sigma_h(t)$ -Kurve aus, wie es in der Abbildung 5.3 dargestellt wird. Im Abschnitt 5.2.2 wurde im Zusammenhang mit dieser Abbildung die Verformung der Probe nach einfachen Spannungswechseln diskutiert. Demzufolge verformen sich die weichen Bereiche nach einer vollen Entlastung unter Wirkung der weitreichenden inneren Spannung σ_b zurück. Je größer σ_b (und daher auch σ_f , vgl. Gl. 5.9) ist desto größer ist die Rückverformung der weichen Bereiche. Die harten Bereiche verformen sich unter Wirkung von σ_h weiterhin vorwärts, und die Verformung der Probe wird von diesen zwei

konkurrierenden Tendenzen bestimmt. Der Verlauf der $\sigma_f(t)$ -Kurve in der Entlastungsphase (Abb. 5.8) kann somit die beobachtete Abnahme von $\Delta\epsilon_u$ in den ersten Zyklen nach einem Moduswechsel (Abschn. 4.1.2.2) erklären, denn σ_f und σ_b in den Entlastungsphasen nehmen in diesem anfänglichen Intervall zunächst ab und erreichen nach einigen Zyklen einen stationären Zustand. Die Änderungen in $\Delta\epsilon_o$ (Abschn. 4.1.2.2) können in ähnlicher Weise analysiert werden: σ_f nimmt innerhalb einer einzelnen Belastungsphase zu, aber das überstrichene Intervall nimmt bis zu einem stationären Stadium ab. Infolgedessen nimmt $\Delta\epsilon_o$ in diesen ersten Zyklen ab. Mit wachsender Zyklenzahl erhöht sich nach dem in der Abbildung 5.5 dargestellten Mechanismus der Versetzungsabstand in den Subkorn Grenzen. Die ausgestrickten Versetzungen (wie z.B. C in der Abb. 5.5) gleiten im Subkorninneren und tragen zur Vorwärtsverformung bei. Diese zusätzliche Verformung bewirkt die beobachtete Zunahme in $\Delta\epsilon_o$. Auch die Änderungen der momentanen Dehngeschwindigkeit innerhalb der Belastungsphase können anhand des Diagramms in der Abbildung 5.8 verstanden werden: Während der Belastung dehnt sich die Probe sehr schnell aus. Die anelastischen Vorgänge, die zum Aufbau der inneren Spannung nötig sind, liefern einen reversiblen Beitrag zur Verformung und bewirken, daß die momentane Dehngeschwindigkeit unmittelbar nach der Belastung höher ist als ihr momentaner Wert vor dem Moduswechsel, $\dot{\epsilon}_m$. Der Beitrag der anelastischen Vorgänge klingt aber ab, und die Dehngeschwindigkeit nimmt somit ab. Für kurze Belastungsphasen (z.B. $\Delta t = 10$ s) allerdings bleibt die Dehngeschwindigkeit höher als $\dot{\epsilon}_m$. Erst wenn die Belastungsdauer zunimmt (z.B. $\Delta t = 50$ s), erreicht die Dehngeschwindigkeit Werte kleiner als $\dot{\epsilon}_m$, und für noch längere Zyklusperioden (z.B. $\Delta t = 250$ s) nimmt die momentane Dehngeschwindigkeit noch innerhalb der Belastungsphase wieder zu. Diese Änderungen weisen darauf hin, daß einerseits der Beitrag der anelastischen Vorgänge mit ablaufender Zeit an Bedeutung verliert, und daß andererseits die plastische Verformung in zunehmender Weise zur Vorwärtsverformung beiträgt. Dieser letzte Mechanismus hängt mit der inneren Spannung σ_f zusammen (vgl. Gl. 5.3), und die Zunahme in der

Dehngeschwindigkeit spiegelt den Verlauf der $\sigma_f(t)$ -Kurve wieder.

Im vorherigen Absatz wurden die Längenänderungen der Probe innerhalb eines einzelnen Zyklus diskutiert. Die anelastischen Beiträge in der Be- und Entlastungsphase gleichen sich am Ende eines Zyklus aus. Die plastische Verformung wird auch durch die Gleichung 5.3 beschrieben, und aus dem Verlauf der $\sigma_f(t)$ -Kurve (Abb. 5.8) wird deutlich, daß die Vorwärtsverformung und somit die Nettoverformung am Ende eines Zyklus im wesentlichen durch die Belastungsphase bestimmt ist. Im Abschnitt 3.2.3 wurde gezeigt, daß die zeitliche Entwicklung der Nettoverformung aus der originalen Schreiberkurve durch eine umhüllende Kurve erhalten wird. Die Steigung dieser Kurve ist nach diesem Konzept die zyklische Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_z$. Für die Beschreibung dieser Größe stellen wir in Anlehnung an die Gleichung 5.3 folgende Beziehung auf:

$$\dot{\epsilon}_z \propto \exp \left(\frac{b^2 s \bar{\sigma}_h}{M k T} \right) - 1 \quad (5.10)$$

wobei $\bar{\sigma}_h$ den effektiven Wert von σ_h innerhalb eines Zyklus darstellt. Dieser effektive Wert könnte durch ein geeignetes Integrationsverfahren aus der $\sigma_h(t)$ -Kurve ermittelt werden. Es liegt jedenfalls nahe, daß $\bar{\sigma}_h$ sich zwischen dem maximalen und dem minimalen Wert von σ_h befindet. Der entsprechende Wert der inneren Spannung $\bar{\sigma}_f$ (vgl. Gl. 5.8) liegt auch zwischen den entsprechenden Grenzwerten in der $\sigma_f(t)$ -Kurve (Abb. 5.8), d.h. er befindet sich in dem Bereich, der in der Abbildung 5.8 durch eine Schraffur am rechten Rand gekennzeichnet ist. Indem dieser effektive Wert über die Integration einer exponentiellen Funktion erhalten wird, ist der Beitrag des Segments am Ende der Belastungsphase gewichtiger, und $\bar{\sigma}_h$ bzw. $\bar{\sigma}_f$ liegen näher an ihrem maximalen als an ihrem minimalen Wert. Jedenfalls ist der effektive Wert von σ_h während zyklischer Belastung niedriger als der stationäre Wert unter monotoner Belastung (vgl. Abb. 5.8 und Gl. 5.8). Die Verlangsamung der Kriechverformung unter zyklischer Belastung (cyclic creep

deceleration, CCD), die in den Abschnitten 4.1.2.1 und 4.1.2.2 beschrieben wurde, wird also auf die Erniedrigung des effektiven Wertes von σ_h zurückgeführt. Das gleiche Modell erklärt auch die zyklische Kriechbeschleunigung, die z.B. an reinem Aluminium bei Raumtemperatur beobachtet wird /55/: In diesem Falle fällt die Zunahme in s mehr ins Gewicht, die Abnahme von σ_h durch die zyklische Belastung hat eine kleinere Bedeutung, und die zyklische Kriechgeschwindigkeit ist höher als der monotone Wert /11/.

Im gleichen Schema können die Übergänge nach Moduswechseln erklärt werden. Nach einem Wechsel von monotoner auf zyklische Belastungsart nimmt $\bar{\sigma}_h$ ab, bis ein stationärer Wert nach einigen Zyklen erreicht wird. Diese Abnahme spiegelt sich in dem Abfall der zyklischen Kriechgeschwindigkeit wieder, die unmittelbar nach dem Moduswechsel beobachtet wird (z.B. Abb. 4.21 b). Mit fortdauernder zyklischer Verformung erhöht sich der effektive Wert von s (Abschn. 5.3.1), und die zyklische Kriechgeschwindigkeit nimmt zu (Gl. 5.10). Die beobachtete Zunahme in $\dot{\epsilon}_z$ schließt aber auch einen Beitrag ein, der auf die Entfestigung der Teilchenstruktur durch Vergrößerung zurückzuführen ist (vgl. Abschn. 5.3.1 und Abb. 4.21 b). Es muß hier noch betont werden, daß zwischen den Änderungen in $\dot{\epsilon}_z$ und denen in $\Delta\epsilon_0$ und $\Delta\epsilon_u$ nach einem Moduswechsel ein enger Zusammenhang besteht. Einem Wechsel von zyklischem auf monotonen Belastungsmodus folgt auch ein Übergangsbereich der monotonen Kriechgeschwindigkeit: $\dot{\epsilon}_m$ nimmt zunächst bis zu einem lokalen Maximum zu und von da an mit ablaufender Verformung ab (z.B. Abb. 4.21 b). Die Zunahme in $\dot{\epsilon}_m$ ist deutlich auf einer originalen Schreiberkurve zu sehen; sie wird auf die Erhöhung von σ_h bis zum stationären Wert zurückgeführt (Abb. 5.6 b). Da aber der mittlere Versetzungsabstand in den Subkorn Grenzen wegen der zyklischen Verformung größer wurde, erreicht die monotone Kriechgeschwindigkeit höhere Werte als die, die vor dem ersten Wechsel vorlagen, und zwar auch wenn die dazwischen abgelaufene Zeit keine nennenswerte Entfestigung durch Vergrößerung der Teilchenstruktur erlaubt. Mit weiterer monotoner Verformung stricken sich wieder Versetzungen in die Subkorn-

grenzen ein, und der Betrag von s tendiert zum stationären Wert (Gl. 5.6). Diese Abnahme in s erklärt den Abfall der Kriechgeschwindigkeit nach dem lokalen Maximum.

Es wurde im vorherigen Absatz gezeigt, daß die Übergangsbereiche nach Moduswechseln auf strukturelle Änderungen zurückzuführen sind. Diese werden durch zyklische Verformung verursacht und sind somit von der Belastungsdauer im zyklischen Modus abhängig. Dieser Einfluß der Belastungsdauer wird in der Kriechkurve auf der Abbildung 4.22 b gezeigt. Die Abbildung 4.23 gibt die Übergangsbereiche in $\dot{\epsilon}_m$ nach den Wechseln von zyklischer auf monotone Belastungsart in einer Übersichtsdarstellung wieder: Nach 20 oder 100 Zyklen wird bereits eine deutliche Zunahme in $\dot{\epsilon}_m$ festgestellt, wobei die Abnahme nach dem Maximum schwach ist. Die Übergänge D, E und F zeigen eine steile Zunahme in $\dot{\epsilon}_m$, die in den drei Fällen von vergleichbarem Ausmaße ist. Diese Zunahme in $\dot{\epsilon}_m$ wird auf die Restauration von σ_h zurückgeführt, die anschließende Abnahme auf die Änderungen in s . Die Verschiebung der Kurven in dieser normierten Darstellung nach oben steht in Zusammenhang mit der Dauer des Intervalls unter zyklischer Belastung. Dies wird auf die Entfestigung der Teilchenstruktur durch Vergrößerung. Die Abschnitte D und E befinden sich noch im primären Übergangsbereich. $\dot{\epsilon}_2$ zeigt daher eine abnehmende Tendenz in diesen Abschnitten und erreicht nach dem Ablauf des jeweiligen Übergangsbereiches kleinere Werte als $\dot{\epsilon}_1$. Schließlich wird hier noch der Ablauf der monotonen Kriechgeschwindigkeit nach einer einfachen Entlastung diskutiert. Im gleichen Versuch wurde die Probe für 5 s entlastet und wieder belastet: Nach der Wiederbelastung laufen anelastische Vorgänge ab, und die monotone Kriechgeschwindigkeit erreicht in kurzem den Wert, den sie vor der Entlastung hatte. Die Abwesenheit eines komplexeren Übergangsbereiches wurde in der Abbildung 4.23 durch einen waagerechten Strich ausgedrückt (Abschnitt A). Wenn aber diese Entlastung zyklisch mehrfach wiederholt wird (Abb. 4.23, Abschnitte B bis F), stellt sich ein deutlicher Übergangsbereich in $\dot{\epsilon}_m$ heraus.

Es wäre denkbar, daß die Zunahme in $\dot{\epsilon}_m$ durch das Los-

reißen von Versetzungen nach Wiederbelastung verursacht werden könnte, wenn diese Versetzungen während der Entlastungsphase durch zuströmende Fremdatome verankert wäre. Jede Entlastungsphase unter zyklischer Belastung dauert aber wie die einzelne Entlastung in A nur 5 s, und deswegen müßte der Übergangsbereich in $\dot{\epsilon}_m$:

- a) bereits nach einer einzelnen Entlastung auftreten;
- b) mit zunehmender Dauer der zyklischen Belastung konstant bleiben.

Beide Voraussagen werden durch die in der Abbildung 4.23 dargestellten Ergebnisse widerlegt. Das gleiche Ergebnis wird aus Entlastungen mit Werten von t_u bis 625 s erhalten. Diese Analyse bekräftigt die Aussage am Ende des Abschnittes 5.2.2, daß Mischkristalleffekte in der Legierung 800 H bei 800°C vernachlässigt werden können.

Im Abschnitt 3.2.3 wurden als kennzeichnende Größen für einen einfachen, rechteckigen Spannungszyklus die Periode Δt und der Entlastungsgrad ($R = \sigma_u / \sigma_o$) definiert. Anhand der Gleichung 5.10 und der zeitlichen Änderung von σ_h und s wurden bisher in diesem Abschnitt die zyklische Kriechverlangsamung und das Auftreten von Übergangsbereichen nach Wechseln der Belastungsart erklärt. Dieses Konzept liefert auch eine Erklärung für den Einfluß der Größen Δt und R auf das zyklische Kriechverhalten. Die Abbildungen 4.17 und 4.18 zeigen, daß $\dot{\epsilon}_z$ bei gleicher Ober- und Unterspannung mit abnehmender Dauer der Zyklusperiode abnimmt. Dieser Einfluß von Δt auf die zyklische Kriechgeschwindigkeit wurde an mehreren Werkstoffen beobachtet /8,10,121/. Die Moduswechselversuche (Abb. 4.24 und 4.25) bestätigen dieses Ergebnis. Außerdem zeigen diese Wechselversuche, daß die Übergangsbereiche für kleinere Perioden ausgeprägter ausfallen (Abschn. 4.1.2.3). Die Abbildung 5.9 zeigt die zyklische Änderung von σ_f für zwei Werte von Δt : Mit abnehmender Dauer der Zyklusperiode nimmt der maximale Wert von σ_f in einem Zyklus ab; folglich nimmt der Wert von $\bar{\sigma}_f$ auch ab (vgl. die schraffierten Bereiche an den rechten Rändern),

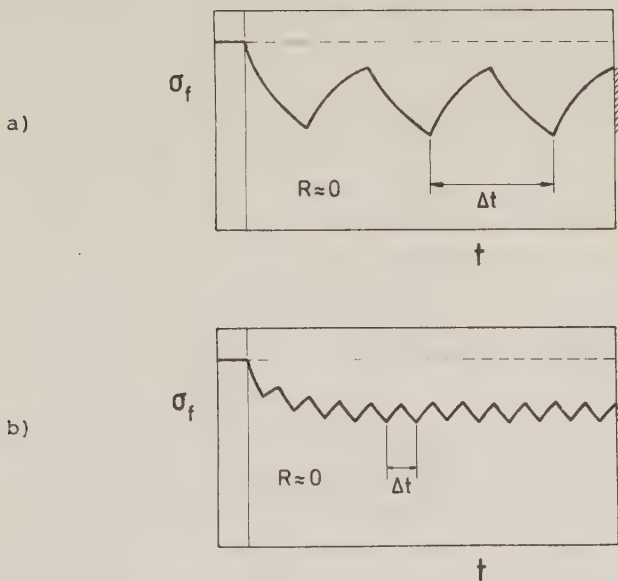


Abb. 5.9 - Einfluß der Zyklusperiode auf die Änderung in σ_f .

und somit erniedrigt sich laut Gleichung 5.10 der Wert von $\dot{\epsilon}_z$. Die Abnahme in $\bar{\sigma}_f$ bis zu ihrem stationärem Wert vollzieht sich bei der längeren Zyklusperiode (Abb. 5.9 a) in einer geringeren Anzahl von Zyklen als im Falle des kleineren Wertes von Δt (Abb. 5.9 b). Auf der anderen Seite erreicht σ_f am Ende eines längeren Belastungszyklus (Abb. 5.9 a) einen höheren Wert als im anderen Falle, so daß die Zunahme in σ_f (bis zum stationären Wert) nach dem letzten Zyklus kleiner ist. Aus diesen Abbildungen geht also hervor, daß die Übergangsbereiche nach Wechseln der Belastungsart für eine kürzere Zyklusperiode ausgeprägter ausfallen als für eine längere, wie es auf der Abbildung 4.25 für die drei Werte von Δt (10 s, 50 s, 250 s) deutlich zu sehen ist. Es muß allerdings unterstrichen werden, daß die Vorgänge im Übergangsbereich in allen Fällen gleicher Natur sind. Die Ausprägung der Übergangsbereiche für kürzeren

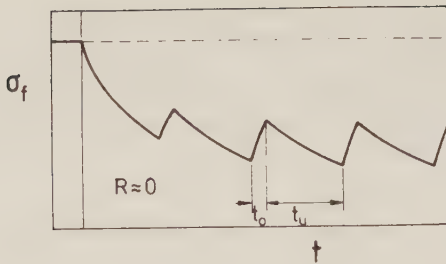


Abb. 5.10 - Änderung in σ_f nach Moduswechsel von monotoner auf zyklische Belastung mit $t_u = 5 t_0$.

Zyklusperioden hängt mit der Auswertungsmethode zusammen, denn für längere Zyklusperioden laufen jene Vorgänge teilweise noch innerhalb der letzten Belastungsphase ab. Diese letzte Belastungsphase schließt sich der letzten Wiederbelastung an und dauert ein Zeitintervall von t_0 (vgl. Abschn. 3.2.3). Schließlich können im gleichen Interpretationsschema die Ergebnisse aus Versuchen analysiert werden, bei denen die Be- und Entlastungsphasen unterschiedlicher Dauer sind ($t_0 \neq t_u$): Die Abbildung 5.10 zeigt die zeitliche Entwicklung von σ_f , wenn $t_u = 5 t_0$ ist. Die große Abnahme in σ_f in der ersten Entlastungsphase führt (vgl. Gl. 5.9 und Abb. 5.3) zu einer großen Rückdehnung; in den folgenden Entlastungsphasen ist diese Abnahme deutlich kleiner, und dementsprechend muß die Rückdehnung in diesen Phasen kleiner sein als in der ersten. Die Längenänderungen einer Probe unter solcher Bedingungen weisen in der Tat ein ähnliches Verhalten auf (Abb. 4.28). Der effektive Wert von σ_f befindet sich wie oben im schraffierten Bereich. Aus dieser Konstruktion geht hervor, daß $\bar{\sigma}_f$ bei konstanter Belastungsdauer und abnehmender Entlastungsdauer abnimmt. Der Wert von s muß zwar im Falle längerer Entlastungsdauer eine etwas größere Zunahme haben als bei kürzerer t_u , dies ist aber für das zyklische Kriechverhalten von geringerer Bedeutung als die Abnahme in $\bar{\sigma}_f$, so daß eine Abnahme in $\dot{\epsilon}_z$ zu erwarten ist (Gl. 5.10). Dieses Verhältnis wird im

Vergleich zwischen den Abschnitten B und E in der Abbildung 4.24 und C und A in der Abbildung 4.26 beobachtet, es wird jedoch durch den Vergleich zwischen den Abschnitten A und D in der Abbildung 4.24, B und D in der Abbildung 4.26 und A und C in der Abbildung 4.27 nicht bestätigt. Es muß allerdings berücksichtigt werden, daß die Werte von $\dot{\epsilon}_z$ in diesen letzten Abschnitten sich nah an der Auflösungsgrenze befinden (vgl. Abschn. 3.2.3) und deswegen die Aussagekraft dieser Beobachtungen beschränkt ist. Die zyklische Belastung muß auch in diesem Falle zu strukturellen Änderungen führen, die Übergangsbereiche in $\dot{\epsilon}_z$ und $\dot{\epsilon}_m$ nach Moduswechseln verursachen. Im Abschnitt A in der Abbildung 4.26 hat die Kriechkurve den bereits analysierten Verlauf; nach allen Abschnitten unter zyklischer Belastung mit $t_o \neq t_u$ weist $\dot{\epsilon}_m$ einen Übergangsbereich auf, der wie oben auf Änderungen in σ_h und s zurückgeführt werden kann (Abb. 4.24 bis 4.27).

Der Einfluß des Entlastungsgrades auf das zyklische Kriechverhalten (Abschn. 4.1.2.4) wurde in zwei Versuchen untersucht, deren Kriechkurven in den Abbildungen 4.30 und 4.31 wiedergegeben werden. Die Abbildung 5.6 a zeigt die Abnahme in σ_f nach einer totalen Spannungserniedrigung ($R = 0$). Wenn aber die Unterspannung einen höheren Wert hat ($0 < R < 1$), dann ist der totale Abbau der inneren Spannung nicht möglich, und die Abnahme in σ_f muß langsamer erfolgen als im ersten Falle (Abb. 5.11). Die Zunahme in σ_f nach Wiederbelastung muß ebenfalls langsamer als in der Abbildung 5.6 b geschehen. Aus diesen Überlegungen geht hervor, daß $\bar{\sigma}_f$ bei konstanter Zyklusperiode mit zunehmendem Wert von R zunimmt, so daß $\dot{\epsilon}_z$ in diesem Falle zunehmen muß. Die Rückdehnung nimmt mit steigendem R -Wert ab, und wenn dieser größer als $\approx 0,8$ wird, verformt sich die Probe auch in den Entlastungsphasen vorwärts: $\dot{\epsilon}_z$ ist zwar noch kleiner als $\dot{\epsilon}_m$, aber das Verhältnis $\dot{\epsilon}_m/\dot{\epsilon}_z$ ist für $R > 0,8$ kleiner als 2. Allerdings ist die innere Spannung in der Belastungsphase niedriger als der stationäre Wert von σ_f , so daß die momentane Dehngeschwindigkeit innerhalb einer Entlastungsphase kleiner ist als der Wert von $\dot{\epsilon}_m$ unmittelbar vor dem Moduswechsel (Abschn. 4.1.2.4).

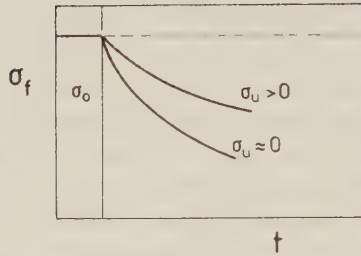


Abb. 5.11 - Einfluß von R auf die Änderung in σ_f .

Tien et al. /10,121/ führen die zyklische Kriechverlangsamung an den Legierungen Inconel MA 754 und Inconel MA 6000 E auf anelastische Vorgänge zurück. Die hier vorgetragene Analyse der zyklischen Kriechverlangsamung an der Legierung 800 H beruht auch auf anelastischen Vorgängen. Wir beschränken uns aber nicht auf diese Feststellung: Anhand des Strickmodells in seiner erweiterten Form wurde das zyklische Kriechverhalten eines Werkstoffs mit einer gut ausgebildeten Subkornstruktur erklärt.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß die Übergangsbereiche nach Moduswechseln auf die Abnahme in $\bar{\sigma}_f$ und auf die Zunahme in s unter zyklischer Belastung zurückgeführt werden können. Es besteht also eine formale Ähnlichkeit mit einfachen Spannungswechseln unter monotoner Belastung (Abschn. 5.2.2): Eine Abnahme sowohl in R als auch in Δt bewirkt eine Abnahme in $\bar{\sigma}_f$ und entspricht also einer zunehmenden Spannungsdifferenz bei einem Spannungswechsel.

5.4 BRUCHMECHANISMUS

Unter den in dieser Arbeit eingesetzten Versuchsbedingungen schließt der Bruchmechanismus eine Reihe von Vorgängen ein. Im ersten Schritt bilden sich an der Mantelfläche der Zugprobe interkristalline Risse, die ins Probeinnere hineinwachsen und somit den tragenden Querschnitt vermindern. Die hierdurch verursachte Spannungserhöhung und die Spannungskonzentration an der Rißspitze unterstützen das weitere Rißwachstum. Vorausgesetzt, daß die Temperaturverteilung entlang der Probe homogen ist, wird die Spannung in einem Bereich der Meßlänge wegen günstiger Anordnung der Oberflächenrisse stärker erhöht als in den anderen Bereichen und führt zu lokalisierter, größerer Verformung der Matrix: In diesem Bereich nimmt der gesamte Querschnitt der Probe stärker ab (Einschnürung), die Risse wachsen ins Probeinnere schneller hinein, und die Rißufer klaffen in verstärktem Maße auseinander. Die Oberflächenrisse wachsen in diesem Bereich der Einschnürung rund um die Probe zusammen, und der Bruch vollzieht sich mit dem duktilen Versagen der tragenden Restfläche. Nachdem sich die Einschnürung gebildet hat, konzentriert sich die Verformung in immer zunehmendem Maße in ihrem Bereich. Obwohl die gemessene Kriechgeschwindigkeit auf die ganze Meßlänge bezogen wird, zeigt sie im Endstadium eine deutliche Zunahme (Abb. 4.2 und 4.4). Streng genommen könnte dieser Abschnitt der Kriechkurve nicht als tertiär bezeichnet werden, denn die sich abspielenden Vorgänge haben ihren Ursprung im Bereich kleiner Dehnungen. Diese Ansicht setzte sich bereits durch und wird als Basis für die Entwicklung neuerer Modelle für die Auslegung von kriechbeanspruchten Bauteilen genommen /z.B. 122/. Im makroskopischen Sinne aber wird der Abschnitt der Kriechkurve, in dem die Bruchvorgänge eine bedeutende Rolle übernehmen und zur Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit führen, als tertiär bezeichnet. Im folgenden werden die einzelnen Schritte des Bruchmechanismus näher analysiert.

Die Legierung 800 H besitzt eine gute Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen in verschiedenen Atmosphären.

Diese Eigenschaft wird dem Werkstoff durch eine schützende, chromreiche Oxidschicht verliehen. Die Wechselwirkungen zwischen Kriechverformung und Heißgaskorrosion dürfen aber nicht unberücksichtigt bleiben /123/, denn die unterschiedlichen Verformungseigenschaften vom Werkstoff und von der Deckschicht können zum Abplatzen dieser Schicht führen. Insbesondere wirken sich intergranulare Oberflächenrisse, wie sie in dieser Arbeit beobachtet werden (Abb. 4.61), schädlich aus, denn sie legen gerade schwache Stellen des Werkstoffs, nämlich die Korngrenzen, frei. Chen und Argon /124/ beobachten ähnliche Oberflächenrisse an Proben eines Stahls vom Typ AISI 304, die unter Vakuum (Restdruck kleiner als 0,67 mPa) und bei 600°C-700°C verformt wurden. In dieser Arbeit wurden Oberflächenrisse an einer Probe der Legierung 800 H beobachtet, die unter reduzierender Atmosphäre verformt wurde (Abb. 4.62). Die Bildung dieser Risse erfolgt also auch unter nicht-oxidierenden Atmosphären und wird auf die verstärkte Korngrenzengleitung der ungestützten Körner an der Probenoberfläche zurückgeführt. Dieser Gleitungsmechanismus findet trotz massiver Karbidausscheidung an den Korngrenzen statt. Einen Hinweis darauf liefern außer den Oberflächenrisen selbst:

- a) die raue Oberfläche verformter Proben (Abb. 4.62 und 4.63 a);
- b) die wenig veränderte Form der Körner bei hohen Verformungsgraden in Bereichen des Probeninneren weit entfernt von der Einschnürung (Abb. 4.49 b).

Die Bildung von Oberflächenrisen aufgrund Korngrenzengleitung wurde auch an Proben der Nickelbasislegierung Udimet 700 beobachtet, die bei 927°C verformt wurden /125/.

Das Aufreißen der Deckschicht kann die Korrosion des Werkstoffs erneut in Gang setzen oder verstärken, zumal wenn es an schwachen Stellen wie die Korngrenzen geschieht. Für genügend niedrige Verformungsgeschwindigkeiten kann sich in einigen Fällen die Deckschicht selbst regenerieren und den Korrosionsangriff erneut stoppen /126/. Im Falle der Legierung

800 H unter den in dieser Arbeit eingesetzten Bedingungen (Verformung an Luft bei 800°C, Dehngeschwindigkeiten zwischen 10^{-8} s^{-1} und 10^{-4} s^{-1}) finden aber Korrosionsvorgänge statt, die eher zur Fortsetzung der Schädigung beitragen. Zunächst wird Eisen aus den chromverarmten Rißufern (Korngrenzen) oxidiert (*). Das Eisenoxid wird wegen seines großen Molarvolumens aus dem Riß herausgedrückt und bildet Erhöhungen auf der Probenoberfläche (Abb. 4.61 a). Über diesen Geschwülsten bilden sich dünne Plättchen, die der EDS-Analyse nach wahrscheinlich aus Eisenoxid bestehen (Abb. 4.63 a und b). Ähnliche Plättchen wurden von Gulbransen und Copan /127/ an Proben aus Reineisen beobachtet. Diese Autoren glühten die Eisenproben in einer Atmosphäre von 10 Vol. % Wasserdampf und 90 Vol. % Argon bei 450°C für 48 h und stellten durch Elektronenbeugung fest, daß die während der Glühung entstandenen Plättchen ausschließlich $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ aufweisen. In beiden Fällen weisen diese Gebilde darauf hin, daß in diesen Oxiden die Kationendiffusion von innen nach außen schneller erfolgt als die Anionendiffusion in die andere Richtung. Allerdings sind die Oxidformationen über den Rissen undicht und ermöglichen die weitere Zulieferung von Sauerstoff ins Innere der Risse. Die Eisenoxidation setzt sich dadurch entlang der Korngrenzen fort (Punkt A auf der Abbildung 4.65 b) und hinterläßt an den Rißufern eine nickelreiche Schicht (Punkte B auf den Abbildungen 4.65 a und b). Goods /128/ zeigte die Abwesenheit von Sauerstoff in diesen hellen Bereichen, die also aus einer metallischen Eisen-Nickel Phase bestehen. Die metallographische Untersuchung zeigt noch (Abb. 4.64 und 4.65) Produkte aus innerer Oxidation entlang der Risse /126/. Eine genauere

(*) Die Chromverarmung wird durch Karbidausscheidung verursacht. In Proben der Legierung 800 im weichgeglühten Zustand findet diese Ausscheidung nicht statt, und es bildet sich keine Eisenoxidschicht in den Oberflächenrissen während Verformung bei 800°C. Es muß allerdings betont werden, daß die Legierung 800 in diesem Zustand bei hohen Temperaturen nicht eingesetzt werden darf (Abschn. 4.2.1).

Beschreibung der Oxidationsvorgänge in den Oberflächenrissen bedarf weiterer metallographischer Untersuchungen.

Die Anwesenheit von Oxiden in Rissen nach Verformung bei hoher Temperatur an Luft wurde bereits an mehreren Werkstoffen festgestellt. Die Erhöhungen über Oberflächenrissen wurden an Udimet 500 /129/ und Nimonic 105 /130/ beobachtet. In diesen Werkstoffen und auch an Udimet 700 /125/ wurde selektive Oxidation entlang der Korngrenzen gefunden. Diese Oxidationsvorgänge finden bereits bei sehr niedrigem O_2 -Partialdruck statt: Skelton /131/ untersuchte die Rißbildung während zyklischer Verformung eines 20Cr-25Ni-Nb-Stahls bei 750°C und stellte fest, daß vergleichbare Oxidschichten nach Verformung unter einer CO_2 -Atmosphäre (100 ppm H_2O) und unter Vakuum (1,33 mPa) gebildet werden. In der unter reduzierender Atmosphäre verformten Probe der Legierung 800 H (vgl. Abb. 4.62) blieben die Rißufer blank.

Der Wachstumsmechanismus dieser Oberflächenrisse ist noch nicht vollständig geklärt. In älteren Untersuchungen /125,129/ wurde die Auffassung vertreten, daß die Oxidation entlang der Korngrenzen dem Riß selbst voreilt, und daß der Bruch der Oxidschicht das Rißwachstum verursacht. Der Oxidationsvorgang an den Korngrenzen wird durch Verformung (Spannung) unterstützt. Die andere Möglichkeit (zuerst Rißwachstum und dann Oxidation) wurde allerdings in diesen Arbeiten nicht ganz verworfen. Diese Auffassung wurde in neueren Arbeiten /130,132/ wieder aufgegriffen: Neue Ergebnisse weisen auf eine Versprödung der Korngrenzen durch Sauerstoffdiffusion, die während Verformung zur Dekohäsion der Kornflächen führt; erst dann werden die Rißufer oxidiert. In beiden Hypothesen wird aber vorausgesetzt, daß die Korngrenzen zum Sauerstoffangriff frei sind bzw. frei gelegt wurden. Über den Einfluß des Belastungsmodus stellte Goods /128/ fest, daß monotone Verformung der Legierung 800 bei 600°C an Luft im Gegensatz zur zyklischen Belastung die hier diskutierten Mechanismen nicht favorisiert; in einem geschmolzenen Nitratsalzbad bilden sich die Oxide in beiden Belastungsmodi, wobei das Rißwachstum unter zyklischer Verformung schneller erfolgt. McMahon, Jr.

und Coffin /129/ beobachten in Nickelbasislegierungen keinen Einfluß des Belastungsmodus auf die Oxidbildung in den Oberflächenrissen. In dieser Arbeit wurde kein qualitativer Unterschied zwischen den Bruchflächen monoton und zyklisch ($0 < R < 1$) verformter Proben festgestellt (Abschn. 4.3). Für lange Zyklusperioden (z.B. $\Delta t = 250$ s) weisen zyklisch verformte Proben eine Bruchdehnung auf, die mit der monoton verformter Proben vergleichbar ist (vgl. Abb. 4.16). Allerdings ist die Bruchdehnung für kurze Perioden (z.B. $\Delta t = 10$ s) deutlich kleiner (vgl. Abb. 4.16), obwohl die Bruchfläche keine nennenswerte qualitative Änderung zeigt. Diese Beobachtungen können dadurch erklärt werden, daß die Lastspielzahl bis zum Bruch für die kleinere Zyklusperiode (18 370 Zyklen für $\Delta t = 10$ s in der Abb. 4.16) erheblich größer ist als die für den größeren Wert von Δt (330 Zyklen für $\Delta t = 250$ s in der Abb. 4.16). Das Wachstum der Risse, die an der Mantelfläche der Proben entstehen, hängt von der Spannungskonzentration an der Korngrenze /129/ ab und kann somit durch die Wiederbelastung erleichtert werden, aber für eine kleine Anzahl von Zyklen ist der gesamte Beitrag aus Wiederbelastungen zum Rißfortschritt unbedeutend, und die Bruchdehnung wird nicht vermindert. Auf der anderen Seite kann dieser Beitrag für eine große Anzahl von Zyklen beträchtlich werden und eine Erniedrigung der Bruchdehnung verursachen (in dem Beispiel oben um den Faktor 2).

Das Hauptziel dieser Arbeit besteht darin, die Verformungsmechanismen der Legierung 800 H bei 800°C zu untersuchen. Die Diskussion des Bruchmechanismus hat hier eine untergeordnete Rolle und liefert in dieser Hinsicht lediglich folgende Beiträge:

- a) solange die Oberflächenrisse nicht deutlich wachsen ($\epsilon < 0,30$ für Proben der Sorte T2.2), wird die Verformung überwiegend von der Matrix getragen. Hier gelten die in den Abschnitten 5.2 und 5.3 diskutierten Mechanismen;
- b) die zusätzliche Abnahme des Querschnittes wegen Rißwachstums kann durch den Andrade-Chalmer-Hebelarm nicht kompensiert werden.

siert werden, so daß die wahre Spannung in der Meßlänge zunimmt. Allerdings zeigen Abschätzungen aus Querschleifen, daß für Dehnungsgrade kleiner als 0,30 (T2.2) die Zunahme in σ in der Größenordnung von 1 % der angelegten Spannung liegt und sich somit innerhalb der Fehlergrenze befindet.

Dennoch soll die Bedeutung der Oberflächenrisse für den Bruch weder unter Betriebsbedingungen /133/ noch in kontrollierten Laborversuchen /124,133/ unterschätzt werden. Die Erfassung der Bruchdehnung in einer Reihe von Laborversuchen kann durch das Wachstum dieser Oberflächenrisse beträchtlich beeinflußt werden /124/, so daß in der Übertragung dieser Daten für die Auslegung von Bauteilen dieser Faktor berücksichtigt werden muß.

6 ZUSAMMENFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wurde das Kriechverhalten der Legierung 800 H bei 800°C untersucht. Die Kriechzugversuche wurden an Luft im Spannungsbereich zwischen 60 MPa und 160 MPa durchgeführt. Je nach Belastungsart können diese Kriechversuche in zwei Gruppen eingeteilt werden:

- a) die monotonen Kriechversuche wurden bei konstanter Spannung durchgeführt;
- b) die zyklischen Kriechversuche wurden bei konstantem Beanspruchungszyklus durchgeführt, d.h. die Zugspannung wurde zyklisch zwischen zwei Werten gewechselt.

Das Material lag im lösungsgeglühten Zustand vor. Bei der Versuchstemperatur scheiden sich Karbide vom Typ MC und $M_{23}C_6$ aus. Die Ausscheidung der Karbidteilchen beeinflusst das Kriechverhalten des Werkstoffs. Allerdings ist dieser Effekt nicht rein zeitabhängig: Die Ausscheidungskinetik wird auch durch die Verformung beeinflusst. Diese Wechselwirkung zwischen Verformung und Karbidausscheidung wurde nachgewiesen:

- a) durch die Form der Kriechkurven bei kleinen Dehnungen;
- b) durch den Einfluß der Zusammensetzung und der Wärmebehandlung der Legierung auf ihr Kriechverhalten;
- c) durch das Verformungsverhalten nach einfachen Spannungswechseln bei monotonem Kriechen;
- d) durch Gefügeuntersuchungen verformter und unverformter Proben.

Unabhängig vom Belastungsmodus entwickelt sich durch Kriechverformung eine gut ausgebildete Subkornstruktur. Die Subkorngröße ist im monotonen Falle umgekehrt proportional zur angelegten Spannung. Unter zyklischer Beanspruchung wird die Subkorngröße durch die Oberspannung bestimmt; die Beziehung zwischen diesen Größen ist formal derjenigen gleich, die im monotonen Falle zwischen Subkorngröße und Spannung besteht.

Die Dehngeschwindigkeit nach einfachen Spannungserhöhungen während monotoner Kriechversuche ist höher als diejenige, die in einem Kriechversuch bei gleicher Spannung und gleichem Verformungsgrad gemessen wird. Auf der anderen Seite ist die Dehngeschwindigkeit nach einer Spannungserniedrigung kleiner als diejenige, die aus einem Kriechversuch ohne Spannungswechsel zu erwarten wäre. Diese Effekte werden verursacht:

- a) durch Änderungen der Versetzungsstruktur nach Spannungswechseln;
- b) durch die zeitlich bedingte Teilchenvergrößerung;
- c) durch die Wechselwirkung zwischen Verformung und Karbidausscheidung.

Die Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit für diese Legierung kann somit weder durch die für reine Metalle übliche Darstellungsform noch durch einfache Varianten dieser Methode erfaßt werden. Vielmehr muß die Vorgeschichte des Werkstoffs berücksichtigt werden.

Im zyklischen Belastungsmodus weist die Legierung 800 H bei 800°C und für Zyklusperioden kleiner als 1000 s eine Herabsetzung der Kriechgeschwindigkeit auf. Dieser Effekt wird als zyklische Kriechverlangsamung bezeichnet. Unter sonst gleichen Bedingungen bewirkt eine Abnahme sowohl der Zyklusperiode als auch des Entlastungsgrades eine Abnahme der zyklischen Kriechgeschwindigkeit. Für die in dieser Arbeit eingesetzten Versuchsbedingungen ($T = 800^{\circ}\text{C}$, $60 \text{ MPa} < \sigma < 160 \text{ MPa}$, $10 \text{ s} < \Delta t < 1000 \text{ s}$, $0 < R \leq 1$) werden Werte der zyklischen Kriechgeschwindigkeiten beobachtet, die bis zu einem Faktor 40 kleiner als die entsprechenden monotonen Werte sind. Die zyklische Beanspruchung bewirkt auch eine Abnahme der Bruchdehnung. Unter sonst gleichen Bedingungen wird dieser Effekt durch eine Abnahme der Zyklusperiode verstärkt. Trotz dieser Abnahme in der Bruchdehnung wird eine deutliche Zunahme in der Bruchzeit beobachtet, und zwar auch dann, wenn nur die Belastungsphasen gezählt werden.

Das monotone und zyklische Kriechverhalten der Legierung 800 H wurde anhand einer erweiterten Form des Strickmodells qualitativ erklärt. Dieses Modell beruht auf der Tatsache, daß Gleitvorgänge während der Hochtemperaturverformung dynamische Erholung auslösen kann. In Werkstoffen mit einer Subkornstruktur finden solche Erholungsprozesse statt, wenn die Subkorgrenzen durch gleitende Versetzungen geschnitten werden. Durch die mathematische Behandlung dieses Ansatzes wurde bereits die Kriechverformung reiner Metalle quantitativ modelliert. In dieser Arbeit wurde der Einfluß der Teilchenstruktur auf das Kriechverhalten eines Werkstoffs durch einen Teilchenhärtparameter σ_T berücksichtigt: Nach diesem Ansatz entspricht das Kriechverhalten eines teilchengehärteten Werkstoffs bei einer Spannung σ dem der Matrix dieses Werkstoffs mit gleicher Versetzungsstruktur aber ohne Teilchen bei der Spannung $\sigma - \sigma_T$. Durch die nach diesem Konzept erweiterte Form des Strickmodells wurden das Kriechverhalten der Legierung 800 H nach Wechseln der Spannung oder des Belastungsmodus erklärt und der Einfluß der wichtigsten Versuchsparameter (Spannung, Zyklusperiode und Entlastungsgrad) verständlich gemacht.

Der Bruchmechanismus schließt mehrere Vorgängen ein: Zunächst wird die chromreiche Schutzschicht auf der Mantelfläche der Probe durch Korngrenzengleitung gerissen. Es bilden sich intergranulare Oberflächenrisse, die mit zunehmender Verformung ins Probeninnere hineinwachsen. An den Rißufern finden verschiedene Korrosionsvorgänge statt. Am Anfang des (im makroskopischen Sinne) tertiären Bereiches führt das Wachstum der Risse zur Probeneinschnürung: In diesem Bereich wachsen die Risse um die Probe herum zusammen. Im letzten Schritt erfolgt der duktile Bruch der tragenden Restfläche. Qualitativ gesehen wird der Bruchmechanismus durch den Belastungsmodus nicht beeinflusst. Das Wachstum der Risse wird aber durch zyklische Belastung erleichtert.

7 LITERATURVERZEICHNIS

- /1/ M.A. Cordovi, Existing and potential applications for alloy 800, in Alloy 800, W. Betteridge, R. Krefeld, H. Kröckel, S.J. Lloyd, M. Van de Voorde und C. Vivante (Hg.), North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1978, S. 3. S. auch die Einleitung zur Konferenz von M. Van de Voorde.
- /2/ E.G. Ellison, A review of the interaction of creep and fatigue, J. mech. Engng. Sci. 11, 318 (1969).
- /3/ E. Krempl, Cyclic creep - An interpretative literature survey, Welding Research Council Bulletin 195, 1974, S. 63.
- /4/ R. Swindeman und R. Klueh, Constant- and variable-stress creep tests on $2\frac{1}{4}$ Cr-1 Mo steel at 538°C, Res Mechanica 3, 245 (1981).
- /5/ D.K. Shetty und M. Meshii, Plastic deformation of aluminum under repeated loading, Met. Trans 6A, 349 (1975).
- /6/ J.T. Evans und R.N. Parkins, Creep induced by load cycling in a C-Mn steel, Acta metall. 24, 511 (1976).
- /7/ M. Schießl, Beeinflussung der Lebensdauer des 10 Cr Mo 9 10 durch zeitlich veränderte Beanspruchung, Diplomarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg, 1983.
- /8/ R. Koterazawa, A static-to-dynamic transition in creep of metallic materials under cyclic stress conditions as caused by an interaction of creep and creep recovery, Proc. of the Int. Conf. on Mech. Behaviour of Metals, Kyoto, 1971, Bd. 3, S. 135.
- /9/ D.G. Morris und D.R. Harries, The cyclic creep behaviour of type 316 stainless steel, J. Mat. Sci. 13, 985

(1978).

- /10/ V.C. Nardone, D.E. Matejczyk und J.K. Tien, Cyclic creep and stress rupture of a mechanically alloyed oxide dispersion and precipitation strengthened nickel-base superalloy, Met. Trans. 14A, 1435 (1983).
- /11/ W. Blum, P.D. Portella und R. Feilhauer, Zyklisches Kriechverhalten, in B. Ilchner (Hg.), Festigkeit und Verformung bei hoher Temperatur, DGM, Oberursel, 1983, S. 41.
- /12/ T. Mura, A. Novakovic und M. Meshii, A mathematical model of cyclic creep acceleration, Mat. Sci. Eng. 17, 221 (1975).
- /13/ M. Meshii, M. Ueki und H.-D. Chiou, Cyclic creep behavior and internal stress, in P. Haasen, V. Gerold und G. Kostorz (Hg.), Proc. of the 5th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1979, Bd. 1, S. 245.
- /14/ E. Hornbogen, Physical metallurgy of steels, in R.W. Cahn (Hg.), Physical Metallurgy, North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1970, 2. Aufl., S. 589 ff.
- /15/ W. Hume-Rothery, The Structures of Alloys of Iron, Pergamon Press, Oxford, 1966, S. 258 ff.
- /16/ D.H. Jack und K.H. Jack, Carbides and nitrides in steel, Mat. Sci. Eng. 11, 1 (1973).
- /17/ P.G. Stone, J. Orr und J.C. Guest, The metallurgy of alloy 800, J. Br. Nucl. Energy Soc. 14, 25 (1975).
- /18/ M. Deighton, Solubility of $M_{23}C_6$ in type 316 stainless steel, JISI 208, 1012 (1970). S. auch H. Nordberg und B.

- Aronsson, Solubility of niobium carbide in austenite, JISI 206, 1263 (1968).
- /19/ D.A. Porter und K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Van Nostrand Reinhold Co. Ltd., Wokingham, 1981, S. 263 ff.
- /20/ G. Sauthoff, Stabilität und Optimierung des Gefüges, in W. Dahl und W. Pitsch (Hg.), Festigkeits- und Bruchverhalten bei höheren Temperaturen, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1980, Bd. 1, S. 100.
- /21/ V. Gerold, Bericht über die internationale Tagung: "Early Stages of Decomposition of Alloys", Z. Metallkde. 75, 243 (1984).
- /22/ H. Kreye, Einfluß von Versetzungen auf die Umlösung von Teilchen, Z. Metallkde. 61, 108 (1970).
- /23/ J.T. Barnby, Effect of strain aging on creep of an AISI 316 austenitic stainless steel, JISI 204, 23 (1966).
- /24/ C.M. Sellars, Structural stability during high-temperature creep, in Creep Strength in Steel and High-Temperature Alloys, The Metals Society, London, 1974, S. 78.
- /25/ P.J. Ennis, D.F. Lupton, H. Nickel und H. Schuster Influence of carburisation on the room temperature tensile properties of high temperature alloys, Ber. KFA Jülich, KFA-IRW, Nr. 1786, 1982.
- /26/ L.M. Brown und R.K. Ham, Dislocation-particle interaction, in A. Kelly und B. Nicholson (Hg.), Strengthening Methods in Crystals, Applied Science Publ. Ltd., London, 1971, S. 28.

- /27/ J.W. Martin, Micromechanisms in Particle-Hardened Alloys, Cambridge Univ. Press, Cambridge, 1980, Kap. 4.
- /28/ W.D. Kingery, H.K. Bowen und D.R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, John Wiley & Sons, New York, 1975, 2. Aufl., S. 81.
- /29/ W. Schatt (Hg.), Werkstoffe des Maschinen-, Anlagen- und Apparatebaues, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1982, 2. Aufl., S. 148.
- /30/ M.F. Ashby, The deformation of plastically non-homogeneous materials, Phil. Mag. 21, 399 (1970).
- /31/ B. Burton, Dislocation-inclusion interactions during creep, Phil. Mag. A 43, 1 (1981).
- /32/ E. Arzt und M.F. Ashby, Threshold stresses in materials containing dispersed particles, Scripta metall. 16, 1285 (1982).
- /33/ J.-O. Nilsson und G.L. Dunlop, Resolution of $M_{23}C_6$ /austenite phase boundary defect structures by weak beam microscopy, J. Microsc. 115, 235 (1978).
- /34/ W. Blum, Grundlagen der Warmumformung, in W. Dahl und W. Pitsch (Hg.), Festigkeits- und Bruchverhalten bei höheren Temperaturen, Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1980, Bd. 1, S. 53.
- /35/ W. Blum, Dislocation models of plastic deformation of metals at elevated temperatures, Z. Metallkde. 68, 484 (1977).
- /36/ W. Blum und W.D. Nix, Strain associated with recovery, Res Mechanica Letters 1, 235 (1981).

- /37/ W.D. Nix und B. Ilshner, Mechanisms controlling creep of single phase metals and alloys, in P. Haasen, V. Gerold und G. Kostorz (Hg.), Proc. of the 5th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1979, Bd. 3, S. 1503.
- /38/ H. Mughrabi, Microscopic mechanisms of metal fatigue, ibid, S. 1615.
- /39/ H. Mughrabi, Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals, Acta metall. 31, 1367 (1983).
- /40/ M.A. Morris und J.L. Martin, The influence of internal stresses during creep of an Al-Zn alloy, in B. Wilshire und D.R.J. Owen (Hg.), Proc. of the 2nd Int. Conf. on Creep and Fracture of Eng. Mat. and Struct., Pineridge Press, Swansea, 1984, Bd. 1, S. 103.
- /41/ J.C. Gibeling und W.D. Nix, A numerical study of long range internal stresses associated with subgrain boundaries, Acta metall. 28, 1743 (1980).
- /42/ A.S. Argon und S. Takeuchi, Internal stresses in power-law creep, Acta metall. 29, 1877 (1981).
- /43/ W.D. Nix, J.C. Gibeling und K.P. Fuchs, The role of long-range internal back stresses in creep of metals, in R.W. Rohde und J.C. Swearingen (Hg.), Mechanical Testing for Model Development, ASTM-STP 765, ASTM, Philadelphia, 1982, S. 301.
- /44/ D. Caillard und J.L. Martin, Microstructure of aluminium during creep at intermediate temperatures - III. The rate controlling process, Acta metall. 31, 813 (1983).

- /45/ W. Blum, H. Münch und P.D. Portella, Application of the knitting model of creep to pure Al, AlMg und AlZn solid solutions and particle hardened alloy 800 H, in B. Wilshire und D.R.J. Owen (Hg.), Proc. of the 2nd Int. Conf. on Creep and Fracture of Eng. Mat. and Struct., Pineridge Press, Swansea, 1984, Bd. 1, S. 131.
- /46/ W. Blum, On modelling steady state and transient deformation at elevated temperature, Scripta metall. 16, 1353 (1982).
- /47/ J. Haußelt und W. Blum, Dynamic recovery during and after steady state deformation of Al - 11 wt% Zn, Acta metall. 24, 1027 (1976).
- /48/ U.F. Kocks, A.S. Argon und M.F. Ashby, Thermodynamics and kinetics of slip, in B. Chalmers, J.W. Christian und T.B. Massalski (Hg.), Progress in Materials Science, Pergamon Press, Oxford, 1975, Bd. 19, S. 141.
- /49/ W. Blum und H. Schmidt, Steady state and transient creep of Al at 400 K - an analysis in terms of recovery controlled by thermally activated glide, Res Mechanica 9, 105 (1983).
- /50/ W. Blum und A. Finkel, New technique for evaluating long range internal back stresses, Acta metall. 30, 1705 (1982).
- /51/ R.F. Singer, W. Blum und W.D. Nix, The influence of second phase particles on the free dislocation density during creep of stainless steel, Scripta metall. 14, 755 (1980).
- /52/ VdTÜV-Werkstoffblatt 412 3.79, VdTÜV, Essen, 1979.

- /53/ W. Blum und F. Pschenitzka, Durchführung von Zug-, Druck- und Spannungsrelaxationsversuchen bei erhöhter Temperatur, Z. Metallkde. 67, 62 (1976).
- /54/ P.P. Schepp, Mikrostruktur und Kriechverhalten der Nickelbasislegierung Inconel 617 im Temperaturbereich zwischen 850°C und 950°C unter Berücksichtigung aufgekohlter Gefügezustände, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1983.
- /55/ R. Feilhauer, Zyklische Verformung reiner und teilchengehärteter Metalle, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1982.
- /56/ G. Schumann, pers. Mitteilung
- /57/ J.D. Lubahn, The role of anelasticity in creep, tension and relaxation behavior, Trans. ASM 45, 787 (1953).
- /58/ R. Bürgel, Zeitstandverhalten der Stähle X 10 NiCrAlTi 32 20 und X 50 NiCrAlTi 32 20 in Luft und aufkohlender Atmosphäre, Dissertation, Universität Hannover, 1981.
- /59/ A.A. Tavassoli und G. Colombe, Mechanical and microstructural properties of alloy 800, Met. Trans. 9A, 1203 (1978).
- /60/ B. Ilchner, Hochtemperaturplastizität, Springer Verlag, Berlin, 1973, S. 20.
- /61/ I. Ferreira und R. Stang, The effect of stress and subgrain size on the creep behavior of high purity aluminium, Acta metall. 31, 585 (1983).
- /62/ M.S. Soliman, T.J. Ginter und F.A. Mohamed, An investigation of the stress exponent and subgrain size in Al after stress reduction, Phil. Mag. A 48, 63 (1983).

- /63/ A. Goel, T.J. Ginter und F.A. Mohamed, Effect of stress reductions on the stress exponent and subgrain size in an Al-Zn alloy, Met. Trans. 14A, 2309 (1983).
- /64/ T.G. Langdon, R.B. Vastava und P. Yavari, The influence of substructure on creep behavior following stress changes, in P. Haasen, V. Gerold und G. Kostorz (Hg.), Proc. of the 5th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1979, Bd. 1, S. 271.
- /65/ N. Böhm, Spannungswchselfersuche an Incoloy 800 H bei 800°C, Studienarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg, 1981.
- /66/ E. Weckert, Spannungswchselfersuche während des Kriechens von Incoloy 800 H bei 800°C, Studienarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg, 1983.
- /67/ J. Orr, A review of the structural properties of alloy 800, in W. Betteridge et al. (Hg.), Alloy 800, North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1978, S. 25.
- /68/ H. Gleiter, Korngrenzen in metallischen Werkstoffen, Geb. Borntraeger Verlag, Stuttgart, 1977, 2. Aufl., S. 43.
- /69/ R.W. Cahn, Recovery and recrystallization, in R.W. Cahn (Hg.), Physical Metallurgy, North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1970, 2. Aufl., S. 1129.
- /70/ D.A. Porter und K.E. Easterling, Phase Transformations in Metals and Alloys, Van Nostrand Reinhold Co. Ltd., Wokingham, 1981, S. 123.
- /71/ R.E. Villagrana, J.L. Kaae, J.R. Ellis und P.K. Gantzel, The effect of aging and cold working on the

high temperature low-cycle fatigue behavior of alloy 800 H: Part I. The effect of hardening processes on the initial stress-strain curve, Met.Trans. 9A, 927 (1978).

- /72/ W.B. Jones und R.M. Allen, Mechanical behavior of alloy 800 at 838 K, Met. Trans. 13A, 637 (1982).
- /73/ Ph. Berge, J.R. Donati, D. Guttman, P. Spiteri und L. Valibus, L'évolution structurale en température des alliages du type Incoloy 800 et son influence sur les caractéristiques mécaniques, Mém. Sci. Rev. Métallurg. 72, 837 (1975).
- /74/ M.H. Lewis und B. Hattersley, Precipitation of $M_{23}C_6$ in austenitic steels, Acta metall. 13, 1159 (1965).
- /75/ U.E. Wolff, Orientation and morphology of $M_{23}C_6$ precipitated in high-nickel austenite, TMS-AIME 236, 19 (1966).
- /76/ N. Terao und B. Sasmal, Precipitation of $M_{23}C_6$ type carbides on twin boundaries in austenitic stainless steels, Metallography 13, 117 (1980).
- /77/ A. Orlová, Ausscheidungs- und Versetzungsstruktur in Stählen 21Cr-32Ni-Ti,Al nach Kriechverformung bei 1023-1173 K (in Tschechisch), Kovové Mater. 20, 471 (1982).
- /78/ F.R. Beckitt und B.R. Clark, The shape and mechanism of formation of $M_{23}C_6$ carbide in austenite, Acta metall. 15, 113 (1967).
- /79/ D. Puppel, persönliche Mitteilung.
- /80/ M.J. Donarchie, Jr., und O.H. Kriege, Phase extraction and analysis in superalloys, J. Mater. 7, 269 (1972).

- /81/ E. Erdős, persönliche Mitteilung.
- /82/ P.R. Howell, J.-O. Nilsson und G.L. Dunlop, The effect of creep deformation on the stability of intergranular carbide dispersions in an austenitic steel, J. Mater. Sci. 13, 2022 (1978).
- /83/ H. Nahm und J. Moteff, Second phase formation and its influence on the fatigue properties of Incoloy 800 at elevated temperatures, Met. Trans. 7A, 1473 (1976).
- /84/ S. Box und F. Wilson, Effect of carbide morphology on the intergranular corrosion of a Ti-stabilized austenitic stainless steel, JISI 210, 718 (1972).
- /85/ J. L. Kaae und T. D. Gulden, Some observations of matrix precipitation in a 45Fe-35Ni-20Cr alloy, TMS-AIME 245, 1832 (1969).
- /86/ A. Orlová und J. Čadek, Effect of precipitation strengthening on high-temperature creep in Incoloy 800 type steel, Met. Sci. 15, 39 (1981).
- /87/ G. König und W. Blum, Comparison between the cell structures produced in aluminium by cycling and by monotonic creep, Acta metall. 28, 519 (1980).
- /88/ F. Petry, Bestimmung der Maschenweite s in den Subkorn Grenzen von verformtem AlZn11 in Abhängigkeit vom Verformungsgrad, Diplomarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg, 1984.
- /89/ P.R. Howell, J.-O. Nilsson, A. Horsewell und G.L. Dunlop, The formation of multipoles during high-temperature creep of austenitic stainless steels, J. Mater. Sci. 16, 2860 (1981).

- /90/ A.K. Mukherjee, J.E. Bird und J.E. Dorn, Experimental correlations for high-temperature creep, Trans. ASM 62, 155 (1969).
- /91/ A.H. Nahm und J. Moteff, Characterization of fatigue substructure of Incoloy alloy 800 at elevated temperature, Met. Trans. 12A, 1011 (1981).
- /92/ E. Arzt, Über die Mechanismen des Porenwachstums in kriechbeanspruchten Werkstoffen, Z. Metallkde. 75, 206 (1984).
- /93/ C. Minderle, Kriechen von Zircaloy-4 bei 600°C, Diplomarbeit, Universität Erlangen-Nürnberg, 1984.
- /94/ A. Seeger, The temperature dependence of the critical shear stress and of work-hardening of metal crystals, Phil. Mag. 45, 771 (1954).
- /95/ R.E. Reed-Hill, Physical Metallurgy Principles, D. Van Nostrand Co., New York, 1973, S. 836.
- /96/ L.M.T. Hopkin und L.H. Taylor, Creep properties of Cr-Ni-Mo austenitic steel in relation to structure, JISI 205, 17 (1967).
- /97/ S.R. Keown, Microstructural changes occuring during the creep deformation of a simple austenitic steel at 600°C, in Creep Strength in Steel and High-Temperature Alloys, The Metals Society, London, 1974, S. 78.
- /98/ R.E. Villagrana, J.L. Kaae und J.R. Ellis, The effect of aging and cold working on the high-temperature low-cycle fatigue behavior of alloy 800 H: Part II: Continuous cyclic loading, Met. Trans. 12A, 1849 (1981).

- /99/ B.Reppich, H. Bügler, R. Leistner und M. Schütze, Application of the microstructural concept of creep and rupture life time to a γ' -precipitating Ni-base alloy - I. Yielding and creep behavior, in B. Wilshire und D.R.J. Owen, Proc. of the 2nd Int. Conf. on Creep and Fract. of Eng. Mat. and Struct., Pineridge Press, Swansea, 1984, Bd. 1, S. 279.
- /100/ W. Blum und B. Ilschner, Über das Kriechverhalten von NaCl-Einkristallen, phys. stat. sol. 20, 629 (1967).
- /101/ C. Wagner, Theorie der Alterung von Niederschlägen durch Umlösen, Z. Elektrochem. 65, 581 (1961).
- /102/ A.S. Krausz und H. Eyring, Deformation Kinetics, John Wiley & Sons, New York, 1975, S. 115 ff.
- /103/ P. Haasen, Physikalische Metallkunde, Springer Verlag, Berlin, 1974, S. 270 f. S. auch Ref. 5.21, S. 151 ff.
- /104/ N.G. Persson, Mechanical properties of alloy 800 above 600°C, in W. Betteridge et al. (Hg.), Alloy 800, North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1978, S. 135.
- /105/ T.H. Bassford und D.W. Rahoi, Proposed changes to Inco-loy Alloy 800 and 800H specifications, ibid., S. 151.
- /106/ C.R. Barret, J.L. Lytten und O.D. Sherby, Effect of grain size and annealing treatment on steady-state creep of cooper, TMS-AIME 239, 170 (1967).
- /107/ D.R. Harries, Physical metallurgy of iron-chromium-nickel austenitic steels, vorgetragen auf der Int. Conf. on Mech. Beh. and Nuc. Appl. of Stainless Steels at Elev. Temp., Varese, 1981. S. auch: M. Cecarelli, R. Santucci und A. Bennani, Hot mechanical properties of 316L stainless steel with the addition of boron and

nitrogen, vorgetragen auf derselben Tagung.

- /108/ B. Ilschner, Hochtemperaturplastizität, Springer Verlag, Berlin, 1973, S. 76 f.
- /109/ L. Raymond, W.D. Ludemann, N. Jaffe und J.E. Dorn, Effect of stress decreases on creep of aluminium in the dislocation climb region, Trans. ASM 54, 111 (1961).
- /110/ W. Blum, J. Haußelt und G. König, Transient creep and recovery after stress reduction during steady state creep of AlZn, Acta metall. 24, 293 (1976).
- /111/ R.K. Bhargava, J. Moteff und R.W. Swindeman, The dislocation substructure, carbides and deformation mechanism map for AISI 304 stainless steel, Met. Trans. 7A, 879 (1976).
- /112/ R. Lagneborg, Dislocation density and dislocation arrangement during creep of 20%Cr-35%Ni stainless steels, Met. Sci. J. 3, 18 (1969).
- /113/ T. Hasegawa, T. Yakou und S. Karashima, Deformation behaviour and dislocation structures upon stress reversal in polycrystalline aluminium, Mat. Sci. Eng. 20, 267 (1975).
- /114/ K.L. Murty und S.G. McDonald, Effect of prior creep on steady state creep behavior of stainless steel type 304, Mat. Sci. Eng. 55, 105 (1981).
- /115/ K.D. Challenger und J. Moteff, Characterization of the deformation substructure of AISI 316 stainless steel after high strain fatigue at elevated temperatures, Met. Trans. 3, 1675 (1972).

nitrogen, vorgetragen auf derselben Tagung.

- /108/ B. Ilchner, Hochtemperaturplastizität, Springer Verlag, Berlin, 1973, S. 76 f.
- /109/ L. Raymond, W.D. Ludemann, N. Jaffe und J.E. Dorn, Effect of stress decreases on creep of aluminium in the dislocation climb region, Trans. ASM 54, 111 (1961).
- /110/ W. Blum, J. Haußelt und G. König, Transient creep and recovery after stress reduction during steady state creep of AlZn, Acta metall. 24, 293 (1976).
- /111/ R.K. Bhargava, J. Moteff und R.W. Swindeman, The dislocation substructure, carbides and deformation mechanism map for AISI 304 stainless steel, Met. Trans. 7A, 879 (1976).
- /112/ R. Lagneborg, Dislocation density and dislocation arrangement during creep of 20%Cr-35%Ni stainless steels, Met. Sci. J. 3, 18 (1969).
- /113/ T. Hasegawa, T. Yakou und S. Karashima, Deformation behaviour and dislocation structures upon stress reversal in polycrystalline aluminium, Mat. Sci. Eng. 20, 267 (1975).
- /114/ K.L. Murty und S.G. McDonald, Effect of prior creep on steady state creep behavior of stainless steel type 304, Mat. Sci. Eng. 55, 105 (1981).
- /115/ K.D. Challenger und J. Moteff, Characterization of the deformation substructure of AISI 316 stainless steel after high strain fatigue at elevated temperatures, Met. Trans. 3, 1675 (1972).

- /116/ V.V. Levitin, The physical mechanism and the structural model of creep in metals, phys. stat. sol.(a) 62, 557 (1980).
- /117/ W. Blum, A. Absenger und R. Feilhauer, Dislocation structure in polycrystalline AlZn during transient and steady state creep, in P. Haasen, V. Gerold und G. Kostorz (Hg.), Proc. of the 5th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1979, Bd. 1, S. 265.
- /118/ O.D. Sherby und P.M. Burke, Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature, in B. Chalmers (Hg.), Progress in Materials Science, Pergamon Press, Oxford, 1966, Bd. 13, S. 325.
- /119/ H.E. Evans und G. Knowles, Threshold stress for creep in dispersion-strengthened alloys, Met. Sci. 14, 262 (1980).
- /120/ V. Lupinc und F. Gabrieli, Effect of grain size, particle size and γ' volume fraction on strain relaxation in Ni-Cr base alloys, Mat. Sci. Eng. 37, 143 (1979).
- /121/ D.E. Matejczyk, Y. Zhuang und J.K. Tien, Anelastic relaxation controlled cyclic creep and cyclic stress rupture behavior of an oxide dispersion strengthened alloy, Met. Trans. 14A, 241 (1983).
- /122/ J.-L. Chaboche, Continuous damage mechanics - a tool to describe phenomena before crack initiation, Nuc. Eng. Design 64, 233 (1981).
- /123/ H.W. Grünling, B. Ilschner, S. Leistikow, A. Rahmel und M. Schmidt, Wechselwirkungen zwischen Kriechverformung und Heißgaskorrosion, Werkstoffe u. Korrosion 29, 691 (1978).

- /124/ I-W. Chen und A.S. Argon, Creep cavitation in 304 stainless steel, *Acta metall.* 29, 1321 (1981).
- /125/ P.N. Chaku und C.J. McMahon, Jr., The effect of an air environment on the creep and rupture behavior of a nickel-base high temperature alloy, *Met. Trans.* 5, 441 (1974).
- /126/ M. Schütze, The influence of high temperature corrosion on creep and fracture behaviour of heat resistant steels, in B. Wilshire und D.R.J. Owen (Hg.), *Proc. of the 2nd Int. Conf. on Creep and Fract. of Eng. Mat. and Struct.*, Pineridge Press, Swansea, Bd. 2, S. 801.
- /127/ E.A. Gulbransen und T.P. Copan, Crystal growths and the corrosion of iron, *Nature* 186, 959 (1960).
- /128/ S.H. Goods, Crack tip oxidation of a superalloy in molten nitrate salt, *Scripta metall.* 17, 533 (1983).
- /129/ C.J. McMahon, Jr. und L.F. Coffin, Mechanisms of damage and fracture in high-temperature, low-cycle fatigue of a cast nickel-based superalloy, *Met. Trans.* 1, 3443 (1970).
- /130/ H. Burt, I.C. Elliott und B. Wilshire, Effects of room-temperature prestrain on creep-fracture behaviour of Nimonic 105, *Met. Sci.* 15, 421 (1981).
- /131/ R.P. Skelton, The effect of frequency and strain range on environmental fatigue cracking in 20%Cr-25%Ni-Nb steel at 1025 K, *Met. Sci.* 8, 56 (1974).
- /132/ R.H. Bricknell und D.A. Woodford, Grain boundary embrittlement of the iron-base superalloy IN 903 A, *Met. Trans.* 12A, 1673 (1981).

/133/ C.J. McMahon, Jr., On the mechanism of premature in-service failure of nickel-base superalloy gas turbine blades, Mat. Sci. Eng. 13, 295 (1974).

Diese Arbeit wurde während eines mehrjährigen Aufenthalts am Institut für Werkstoffwissenschaften I der Universität Erlangen-Nürnberg erstellt. Zu ihrer Entstehung trugen viele Freunde und Kollegen bei. Einigen von ihnen möchte ich stellvertretend für alle meinen herzlichen Dank aussprechen:

- Herrn Prof. Dr. W. Blum, dessen Hilfe sich nicht nur auf die wissenschaftliche Beratung dieser Arbeit beschränkte;
- Herrn Prof. Dr. B. Ilschner, der mich in diesem Institut aufgenommen und stets unterstützt hat;
- Rudi Feilhauer und Alex Wagner, die mir vor allem in den ersten, schwierigen Zeiten sehr geholfen haben;
- der Familie Engel und der Familie Lochner, die mir immer zur Seite standen;

Ferner gilt mein Dank:

- dem DAAD, insbesondere Frau Helga Wahre, für das Stipendium und für die ständige Hilfsbereitschaft;
- der Firma MAN-Neue Technologie, München, der CAPES, dem CNPq und der STI/MIC, Brasília, für ihre Unterstützung.

Lebenslauf

Name	Pedro Dolabella Portella
Geburtstag	19. März 1955
Geburtsort	Rio de Janeiro, Brasilien
Eltern	Luiz Antonio Portella Maria do Carmo Gyrão Portella, geb. Poppe Gyrão
Familienstand	ledig

Ausbildung:

1961 - 1965	Grundschule Cons. Mayrink, Rio de Janeiro
1966 - 1971	Colégio Pedro II, Rio de Janeiro
1972	Instituto Batista Americano, Rio de Janeiro
1972	bestandene Aufnahmeprüfung zu verschiedenen Hochschulen
1973 - 1977	Studium der Ingenieurwissenschaften am Ins- tituto Militar de Engenharia, Rio de Janei- ro, Fachrichtung Metallurgie
1977 - 1979	Aufbaustudium (Master of Science) am Insti- tuto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, Fachrichtung Werkstoffwissenschaften
seit März 1980	DAAD-Stipendiat am Institut für Werkstoff- wissenschaften I der Universität Erlangen- Nürnberg

